

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: Naoki YOSHIOKA, et al.

Serial No.: Not Yet Assigned

Filed: September 21, 2001

For: LIQUID SUBSTANCE SUPPLY DEVICE FOR VAPORIZING SYSTEM, VAPORIZER,
AND VAPORIZATION PERFORMANCE APPRAISAL METHOD

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

September 21, 2001

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications are hereby requested
for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

Japanese Appln. No. 2000-292757, filed September 26, 2000

Japanese Appln. No. 2000-292758, filed September 26, 2000

Japanese Appln. No. 2000-292759, filed September 26, 2000

In support of these claims, the requisite certified copies of said original foreign applications
are filed herewith.


It is requested that the file of these applications be marked to indicate that the applicants have
complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly
acknowledge receipt of said certified copies.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit
Account No. 01-2340.

Respectfully submitted,
ARMSTRONG, WESTERMAN, HATTORI
McLELAND & NAUGHTON, LLP

 27133

Atty. Docket No.: 010871
Suite 1000, 1725 K Street, N.W.
Washington, D.C. 20006
Tel: (202) 659-2930
Fax: (202) 887-0357
KH/ll

 Ken-Ichi Hattori
Reg. No. 32,861

jc979 U.S. PTO
09/21/01
09/21/01

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

JC979 U.S. PTO
09/957470
09/21/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 9月26日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-292757

出 願 人

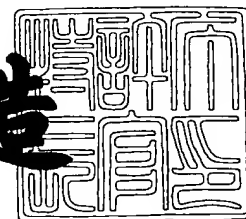
Applicant(s):

株式会社島津製作所
三菱電機株式会社

2001年 7月 4日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3062622

【書類名】 特許願

【整理番号】 K1000171

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01L 21/31

【発明者】

 【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

 【氏名】 吉岡 尚規

【発明者】

 【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

 【氏名】 川本 達司

【発明者】

 【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

 【氏名】 川尾 満志

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

 【氏名】 松野 繁

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

 【氏名】 山田 朗

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

 【氏名】 宮下 章二

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社
社内

【氏名】 内川 英興

【特許出願人】

【識別番号】 000001993

【氏名又は名称】 株式会社島津製作所

【特許出願人】

【識別番号】 000006013

【氏名又は名称】 三菱電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100084412

【弁理士】

【氏名又は名称】 永井 冬紀

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004732

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 液体材料供給装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 材料容器に収容された液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を、液体材料移送ラインを介して気化器へと供給する液体材料供給装置において、

第 1 の管路と第 2 の管路との間に設けられて、前記第 1 の管路と前記第 2 の管路との間の流体の移送をオン・オフする第 1 の弁体と、前記第 2 の管路と第 3 の管路との間に設けられて、前記第 2 の管路と前記第 3 の管路との間の流体の移送をオン・オフする第 2 の弁体とを備えるとともに、前記第 1 の弁体と前記第 2 の弁体との間に前記第 2 の管路が設けられた一体構造の 2 弁 3 方切換バルブを、前記液体材料移送ラインが 3 方に分岐する分岐点に配設したことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 2】 ガス供給ラインを介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を収容する材料容器にガスを供給して、ガス圧により前記液体材料を液体材料移送ラインに送出し、前記液体材料移送ラインを介して前記液体材料を気化器へと供給する液体材料供給装置において、

第 1 の管路と第 2 の管路との間に設けられて、前記第 1 の管路と前記第 2 の管路との間の流体の移送をオン・オフする第 1 の弁体と、前記第 1 の管路と第 3 の管路との間に設けられて、前記第 1 の管路と前記第 3 の管路との間の流体の移送をオン・オフする第 2 の弁体と、前記第 2 の管路と第 4 の管路との間に設けられて、前記第 2 の管路と前記第 4 の管路との間の流体の移送をオン・オフする第 3 の弁体とを備えるとともに、前記第 1 の弁体と前記第 2 の弁体との間に前記第 1 の管路が設けられ、前記第 2 の弁体と前記第 3 の弁体との間に前記第 2 の管路が設けられた一体構造の 3 弁 4 方切換バルブを、前記液体材料移送ラインおよびガス供給ラインと前記材料容器との間に設け、

前記第 1 の管路と前記ガス供給ラインとを接続し、前記第 2 の管路と前記材料容器のガス領域とを接続し、前記第 3 の管路と前記液体材料移送ラインとを接続し、前記第 4 の管路と前記材料容器の液領域とを接続するとともに、前記ガス供

給ラインおよび液体材料移送ラインに対して前記材料容器と前記切換バルブとを一体で着脱可能としたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項3】 ガス供給ラインを介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を収容する材料容器にガスを供給して、ガス圧により前記液体材料を液体材料移送ラインに送出し、前記液体材料移送ラインを介して前記液体材料を気化器へと供給する液体材料供給装置において、

前記材料容器は、前記ガス供給ラインからのガスが供給されるケーシングと、前記ケーシング内に収納されて前記液体材料が収容される可撓性袋またはベローズ状袋とを備え、前記ケーシング内に前記ガスが供給されると、前記袋内の前記液体材料が前記材料容器から前記液体材料移送ラインへと送出されることを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項4】 請求項3に記載の液体材料供給装置において、

前記ケーシング内に供給される前記ガスの圧力変化に基づいて前記袋内の液体材料の液量を計測する計測手段を設けたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項5】 ガス供給ラインを介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を収容する材料容器にガスを供給して、ガス圧により前記液体材料を液体材料移送ラインに送出し、前記液体材料移送ラインを介して前記液体材料を気化器へと供給する液体材料供給装置において、

前記液体材料が充填される第1のベローズ状袋と、

前記第1のベローズ状袋の伸縮方向に直列接続されて、前記ガス供給ラインからのガス供給により前記第1のベローズ状袋を収縮させる第2のベローズ状袋と

前記第1のベローズ状袋と前記第2のベローズ状袋との接続部に設けられ、前記接続部の位置を示す指示部材とを備え、前記第2のベローズ状袋により前記第1のベローズ状袋を収縮させて、前記第1のベローズ状袋内の液体材料を前記液体材料移送ラインへと送出することを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項6】 請求項1～請求項5のいずれかに記載の液体材料供給装置において、

内部が減圧状態とされ、前記液体材料移送ラインの液置換を行った際や管路洗

浄の際に排出される廃液が収容されるドレンタンクを、前記液体材料移送ラインの前記気化器の直前にバルブを介して接続したことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 7】 請求項 1～請求項 6 のいずれかに記載の液体材料供給装置において、

前記液体材料移送ライン中の前記液体材料の有無や、前記液体材料から発生する気泡の有無を光電センサを用いて検出する検出手段を、前記液体材料移送ラインに設けたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 8】 発熱体からの熱放散を利用する熱式質量流量計および流量制御弁を有する流量制御装置により流量を制御しつつ、材料容器に収容された液体材料を液体材料移送ラインを介して気化器へと供給をする液体材料供給装置において、

前記流量計と前記流量制御弁とを分離して、前記流量計を前記液体材料移送ラインの前記材料容器側に配設し、前記流量制御弁を前記液体材料移送ラインの気化器側に配設したことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 9】 請求項 7 に記載の液体材料供給装置において、

前記流量制御弁に、前記液体材料の供給を遮断可能とする遮断機構を設けたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 10】 請求項 1～請求項 9 のいずれかに記載の液体材料供給装置において、

前記液体材料移送ライン中に設けられて前記液体材料と接触する樹脂部材に、P E E K (polyether ether ketone) , P T F E (polytetrafluoroethylene) , P I (polyimide) および P B I (polybenzimidazole) のいずれかを用いたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 11】 材料容器に収容された液体材料を液体材料移送ラインを介して気化器へと供給をする液体材料供給装置において、

前記液体材料移送ラインに設けられるフィルタとして、線径の細い第 1 の S U S 製メッシュと線径の太い第 2 の S U S 製メッシュとをそれぞれ複数積層したものをを用いたことを特徴とする液体材料供給装置。

【請求項 1・2】 請求項 1 1 に記載の液体材料供給装置において、
前記 SUS 製メッシュに代えて、PTFE のメッシュを用いたことを特徴とする液体材料供給装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、CVD 成膜に用いられる気化器に、液体有機金属や有機金属溶液から成る液体材料を供給する液体材料供給装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイス製造工程における薄膜形成方法の一つとして MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 法があるが、スパッタ等比べて膜質、成膜速度、ステップカバレージなどが優れていることから近年盛んに利用されている。MOCVD 装置に用いられている CVD ガス供給法としてはバブリング法や昇華法などがあるが、液体有機金属若しくは有機金属を有機溶剤に溶かした液体材料を CVD リアクタ直前で気化して供給する方法が、制御性および安定性の面でより優れた方法として注目されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上述した MOCVD で使用される液体材料は加水分解反応を起こしやすく、液中に析出物が生じたりするなどして材料が変質するおそれがあった。析出物が発生すると、送液ラインに設けられたバルブの動作不良や、気化器内での残渣の発生や、それによる詰まりなどを招き易くなる。その結果、流量の安定性や再現性が悪くなったり、残渣がパーティクルとなって CVD リアクタに達して成膜の再現性を悪化させるという問題があった。また、有機溶剤には THF (tetrahydrofuran) 等が使用されるが、この有機溶剤は腐食性が高いという欠点がある。さらに、液体材料中に溶け込んだガスがライン中で再び気泡として発生することによって、液体材料の流量制御不良を招きやすかった。

【0004】

従来、液体材料の流量制御にはマスフローメータと流量制御バルブとが一体となったマスフローコントローラが用いられているが、熱式質量流量計であるマスフローメータは周辺温度に影響されやすいという性質を有している。そのため、高温状態となっている気化器の近くにマスフローコントローラを設置するのは好ましくない。一方、流量制御の応答性を考慮すると、マスフローコントローラは気化器の直前に設置するのが好ましい。その結果、マスフローコントローラの設定位置により、流量制御精度および応答性のいずれかが犠牲になったり、いずれもが不十分な設置条件となったりするという問題点があった。

【0005】

本発明の目的は、残渣や気泡の発生を抑え、液体材料供給に関して安定性および制御性の良い液体材料供給装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

発明の実施の形態を示す図1～図4、図7、図9、図15、図17および図18に対応付けて説明する。

(1) 図2および図7に対応付けて説明すると、請求項1の発明は、材料容器3A～3Cに収容された液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料4A～4Cを、液体材料移送ライン6A～6Cを介して気化器2へと供給する液体材料供給装置1に適用され、第1の管路P2と第2の管路P1との間に設けられて、第1の管路P2と第2の管路P1との間の流体の移送をオン・オフする第1の弁体152Aと、第2の管路P1と第3の管路P3との間に設けられて、第2の管路P1と第3の管路P3との間の流体の移送をオン・オフする第2の弁体152Bとを備えるとともに、第1の弁体152Aと第2の弁体152Bとの間に第2の管路P1が設けられた一体構造の2弁3方切換バルブ15A～15Cを、液体材料移送ライン6A～6Cが3方に分岐する分岐点に配設したことにより上述の目的を達成する。

(2) 図2および図9に対応付けて説明すると、請求項2の発明は、ガス供給ライン5を介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料4A～4Cを収容する材料容器3A～3Cにガスを供給して、ガス圧により液体材料4A

～4 Cを液体材料移送ライン6 A～6 Cに送出し、液体材料移送ライン6 A～6 Cを介して液体材料4 A～4 Cを気化器2へと供給する液体材料供給装置1に適用され、第1の管路P 1 1と第2の管路P 1 2との間に設けられて、第1の管路P 1 1と第2の管路P 1 2との間の流体の移送をオン・オフする第1の弁体1 1 2 Aと、第1の管路P 1 1と第3の管路P 1 3との間に設けられて、第1の管路P 1 1と第3の管路P 1 3との間の流体の移送をオン・オフする第2の弁体1 1 2 Bと、第2の管路P 1 2と第4の管路P 1 4との間に設けられて、第2の管路P 1 2と第4の管路P 1 4との間の流体の移送をオン・オフする第3の弁体1 1 2 Cとを備えるとともに、第1の弁体1 1 2 Aと第2の弁体1 1 2 Bとの間に第1の管路P 1 1が設けられ、第2の弁体1 1 2 Bと第3の弁体1 1 2 Cとの間に第2の管路P 1 2が設けられた一体構造の3弁4方切換バルブ1 0 Aを、液体材料移送ライン6 Aおよびガス供給ライン5と材料容器3 Aとの間に設け、第1の管路P 1 1とガス供給ライン5とを接続し、第2の管路P 1 2と材料容器3 Aのガス領域とを接続し、第3の管路P 1 3と液体材料移送ライン6 Aとを接続し、第4の管路P 1 4と材料容器3 Aの液領域とを接続するとともに、ガス供給ライン5および液体材料移送ライン6 Aに対して材料容器3 Aと切換バルブ1 0 Aとを一体で着脱可能としたことにより上述の目的を達成する。

(3) 図2および図17に対応付けて説明すると、請求項2の発明は、ガス供給ライン5を介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料4 A～4 Cを収容する材料容器3 A～3 Cにガスを供給して、ガス圧により液体材料4 A～4 Cを液体材料移送ライン6 A～6 Cに送出し、液体材料移送ライン6 A～6 Cを介して液体材料4 A～4 Cを気化器2へと供給する液体材料供給装置に適用され、材料容器3 A～3 Cは、ガス供給ライン5からのガスが供給されるケーシング3 0 3と、ケーシング3 0 3内に収納されて液体材料4 A～4 Cが収容される可撓性袋3 0 4またはベローズ状袋3 1 1とを備え、ケーシング3 0 3内に前記ガスが供給されると、袋3 0 4, 3 1 1内の液体材料4 A～4 Cが材料容器3 A～3 Cから液体材料移送ライン6 A～6 Cへと送出されることにより上述の目的を達成する。

(4) 請求項4の発明は、請求項3に記載の液体材料供給装置1において、ケ

ーシング 3 0 3 内に供給される前記ガスの圧力変化に基づいて袋 3 0 4, 3 1 1 内の液体材料 4 A ~ 4 C の液量を計測する計測手段 3 0 1, 3 0 2 を設けたものである。

(5) 図 2 および図 1 8 に対応付けて説明すると、請求項 5 の発明は、ガス供給ライン 5 を介して液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料 4 A ~ 4 C を収容する材料容器 3 A ~ 3 C にガスを供給して、ガス圧により液体材料 4 A ~ 4 C を液体材料移送ライン 6 A ~ 6 C に送出し、液体材料移送ライン 6 A ~ 6 C を介して液体材料 4 A ~ 4 C を気化器 2 へと供給する液体材料供給装置に適用され、液体材料 4 A ~ 4 C が充填される第 1 のペローズ状袋 3 2 1 と、第 1 のペローズ状袋 3 2 1 の伸縮方向に直列接続されて、ガス供給ライン 5 からのガス供給により第 1 のペローズ 3 2 1 を収縮させる第 2 のペローズ状袋 3 2 2 と、第 1 のペローズ状袋 3 2 1 と第 2 のペローズ状袋 3 2 2 との接続部に設けられ、前記接続部の位置を示す指示部材 3 2 3 B とを備え、第 2 のペローズ状袋 3 2 2 により第 1 のペローズ状袋 3 2 1 を収縮させて、第 1 のペローズ状袋 3 2 1 内の液体材料 4 A ~ 4 C を液体材料移送ラインへ 6 A ~ 6 C と送出することにより上述の目的を達成する。

(6) 図 2 に対応付けて説明すると、請求項 6 の発明は、請求項 1 ~ 請求項 5 のいずれかに記載の液体材料供給装置 1 において、内部が減圧状態とされ、液体材料移送ライン 6 A の液置換を行った際や管路洗浄の際に排出される廃液が収容されるドレンタンク 1 3 を、液体材料移送ライン 6 A の直前にバルブ 1 5 A を介して接続したものである。

(7) 図 2 および図 1 5 に対応付けて説明すると、請求項 7 の発明は、請求項 1 ~ 請求項 5 のいずれかに記載の液体材料供給装置 1 において、液体材料移送ライン 6 A ~ 6 C 中の液体材料 4 A ~ 4 C の有無や、液体材料 4 A ~ 4 C から発生する気泡の有無を光電センサ 1 6 3 を用いて検出する検出手段 1 6, 1 6 4 を、液体材料移送ライン 6 A ~ 6 C に設けたものである。

(8) 図 1 および図 3 に対応付けて説明すると、請求項 8 の発明は、発熱体からの熱放散を利用する熱式質量流量計 8 A ~ 8 C および流量制御弁 9 A ~ 9 C を有する流量制御装置により流量を制御しつつ、材料容器 3 A ~ 3 C に収容された

液体材料 4 A ～ 4 C を液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C を介して気化器 2 へと供給をする液体材料供給装置 1 に適用され、流量計 8 A ～ 8 C と流量制御弁 9 A ～ 9 C とを分離して、流量計 8 A ～ 8 C を液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C の材料容器 3 A ～ 3 C 側に配設し、流量制御弁 9 A ～ 9 C を液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C の気化器 2 側に配設したことにより上述の目的を達成する。

(9) 請求項 9 の発明は、請求項 7 に記載の液体材料供給装置 1 において、流量制御弁 9 A ～ 9 C に、液体材料 4 A ～ 4 C の供給を遮断可能とする遮断機構を設けたものである。

(1 0) 請求項 1 0 の発明は、請求項 1 ～請求項 9 のいずれかに記載の液体材料供給装置 1 において、液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C 中に設けられて液体材料 4 A ～ 4 C と接触する樹脂部材に、P E E K (polyether ether ketone) , P T F E (polytetrafluoroethylene) , P I (polyimide) および P B I (polybenzimidazole) のいずれかを用いたものである。

(1 1) 図 2 および図 4 に対応付けて説明すると、請求項 1 1 の発明は、材料容器 3 A ～ 3 C に収容された液体材料 4 A を液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C を介して気化器 2 へと供給をする液体材料供給装置 1 に適用され、液体材料移送ライン 6 A ～ 6 C に設けられるフィルタ 2 1 として、線径の細い第 1 の S U S 製メッシュと線径の太い第 2 の S U S 製メッシュとをそれぞれ複数積層したものをを用いたことにより上述の目的を達成する。

(1 2) 請求項 1 2 の発明は、請求項 1 1 に記載の液体材料供給装置 1 において、S U S 製メッシュに代えて、P T F E のメッシュを積層したものをを用いたものである。

【 0 0 0 7 】

なお、本発明の構成を説明する上記課題を解決するための手段の項では、本発明を分かり易くするために発明の実施の形態の図を用いたが、これにより本発明が発明の実施の形態に限定されるものではない。

【 0 0 0 8 】

【発明の実施の形態】

以下、図 1 ～図 1 8 を参照して本発明の実施の形態を説明する。図 1 は気化装

置全体の概略構成を示す図である。1は気化器2に液体有機金属や有機金属溶液等（以下では、これらを液体材料と呼ぶ）を供給する液体材料供給装置であり、供給された液体材料は気化器2で気化されてCVD装置に設けられたCVDリアクタに供給される。例えば、液体有機金属としてはCuやTaなどの有機金属があり、有機金属溶液としてはBa, Sr, Ti, Pb, Zrなどの有機金属を有機溶剤に溶かしたものがある。

【0009】

液体材料供給装置1に設けられた材料容器3A, 3B, 3Cには、MOCVDに用いられる液体材料4A, 4B, 4Cが充填されている。例えば、BST系誘電体膜を成膜する場合には、原料であるBa, Sr, Tiを有機溶剤THFで溶解したものが液体材料4A, 4B, 4Cとして用いられる。また、溶剤容器3DにはTHFが溶剤4Dとして充填されている。なお、容器3A～3Dは原料の数に応じて設けられ、必ずしも4個とは限らない。

【0010】

各容器3A～3Dには、チャージガスライン5と移送ライン6A～6Dとが接続されている。各容器3A～3D内にチャージガスライン5を介してチャージガスが供給されると、各容器3A～3Dに充填されている液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dの液面にガス圧が加わり、液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dが各移送ライン6A～6Dへとそれぞれ押し出される。移送ライン6A～6Dに押し出された各液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dは、ガス圧によってさらに移送ライン6Eへと移送され、この移送ライン6E内で混合状態となる。移送ライン6Eにはキャリアガスライン7からキャリアガスが供給されるようになっており、キャリアガス、液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dは気液2相流状態となって気化器2へと供給される。

【0011】

なお、チャージガスおよびキャリアガスには窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガスが用いられる。また、移送ライン6A～6Eにおける液体材料4A～4Cや溶剤4Dの滞留量はできるだけ低減するのが好ましく、本実施の形態では、移送ライン6A～6Cには1/8インチの配管を用いている。

【 0 0 1 2 】

各移送ライン 6 A ～ 6 D には、マスフローメータ 8 A ～ 8 D および遮断機能付き流量制御バルブ 9 A ～ 9 D が設けられている。マスフローメータ 8 A ～ 8 D で液体材料 4 A ～ 4 C および溶剤 4 D の流量を各々監視しつつ流量制御バルブ 9 A ～ 9 D を制御して、液体材料 4 A ～ 4 C および溶剤 4 D の流量が適切となるようにしている。なお、流量制御バルブ 9 A ～ 9 D に代えてプランジャポンプ等のポンプを用いても良い。

【 0 0 1 3 】

図 2 は液体材料供給装置 1 を詳細に示す図であり、図 2 を参照しつつ液体材料供給装置 1 について詳細に説明する。なお、図 2 では、材料容器 3 B, 3 C に関する移送ラインの構成は材料容器 3 A の移送ラインと同様なので図示を省略した。まず、マスフローメータ 8 A ～ 8 D および流量制御バルブ 9 A ～ 9 D の設置位置について説明する。前述したように、従来の装置ではマスフローメータと流量制御バルブとが一体となったマスフローコントローラが用いられていたが、本実施の形態の液体材料供給装置 1 では、各移送ライン 6 A ～ 6 D に独立したマスフローメータ 8 A ～ 8 D および流量制御バルブ 9 A ～ 9 D を設けるようにした。

【 0 0 1 4 】

マスフローメータ 8 A ～ 8 D は熱式質量流量計であり、流体を加熱したときに、ある一定の温度上昇に必要なエネルギーが質量流量に比例することを利用して、マスフローメータ 8 A ～ 8 D には流体を加熱するためのヒータと、流体の流れ方向の温度差を計測するための一対の温度計とが設けられており、質量流量を計測する際には流れ方向の温度差 ΔT が一定になるようにヒータの熱量 q がコントロールされる。このようにヒータをコントロールすると、質量流量はそのときに与えられた熱量 q に比例するので、そのときの熱量 q から質量流量が求められる。

【 0 0 1 5 】

そこで、本実施の形態では、マスフローメータ 8 A ～ 8 D と流量制御バルブ 9 A ～ 9 D とを別個に独立して設け、マスフローメータ 8 A ～ 8 D は各移送ライン 6 A ～ 6 D の容器 3 A ～ 3 D に近い位置に設置し、流量制御バルブ 9 A ～ 9 D は

各移送ライン 6 A～6 D の気化器 2 に近い位置に設置した。このように構成することによって、マスフローメータ 8 A～8 D に対する気化器 2 の熱影響を防止することができるのと同時に、応答性の向上を図ることができた。

【 0 0 1 6 】

図 3 は気化器 2 に近接して設けられた流量制御バルブ 9 A～9 D の外観を示す図である。各流量制御バルブ 9 A～9 D はブロック 9 0 に設けられたポート 9 1 , 9 2 , 9 3 , 9 4 に接続されている。ブロック 9 0 の内部には移送ライン 6 A～6 E に対応する管路 9 6 A～9 6 E がそれぞれ形成されており、各管路 9 6 A～9 6 E には上述したポート 9 1～9 4 およびポート 9 5 , 9 6 が接続されている。管路 9 6 E に接続されたポート 9 5 , 9 6 には図 2 に示す開閉バルブ V 9 , V 6 が設けられている。

【 0 0 1 7 】

各管路 9 6 A～9 6 D には流量制御バルブ 9 A～9 D を介して液体材料 4 A～4 C および溶剤 4 D が導入され、管路 9 6 E 内で混合される。管路 9 6 E にはポート 9 5 からキャリアガスが供給され、管路 9 6 E 内では液体材料 4 A～4 C の混合液とキャリアガスとが気液 2 相流状態となっている。この気液 2 相流状態の液体材料は、開閉バルブ V 6 を介して図 2 の気化器 2 へと送り込まれる。

【 0 0 1 8 】

ブロック 9 0 には、マスフローメータ 8 A～8 D から分離して設けられた流量制御バルブ 9 A～9 D だけが接続されるので、ブロック 9 0 の大きさをコンパクトにすることができる。また、ブロック 9 0 を気化器 2 に近接して設けるとともに、遮断機能付きの流量制御バルブ 9 A～9 D を利用しているので、流量制御バルブ 9 A～9 D と気化器 2 との間の配管容積を小さくすることができ、流量制御の応答性を向上させることができる。また、液混合後の配管容積が小さいので、混合液の滞留により変質等も低減することができる。

【 0 0 1 9 】

図 2 に戻って、材料容器 3 A および溶剤容器 3 D は、チャージガスライン 5 および移送ライン 6 A , 6 D に対してコネクタ C を介してそれぞれ着脱可能に接続されている。これらのコネクタ C と各容器 3 A , 3 D との間には一体構造の 3 弁

4方切換バルブ10A, 10Dがそれぞれ設けられており、各容器3A, 3Dは3弁4方切換バルブ10A, 10Dと一体で着脱される。

【0020】

図2において、11, 12は移送ライン6A, 6Dの真空引き、ガスパージ、溶剤洗淨および液置換等を行うための補助ラインであって、溶剤洗淨や液置換時の廃液を収容するドレンタンク13に接続されている。LS1, LS2はドレンタンク13内の廃液の液面高さを検出するためのセンサである。ドレンタンク13には真空排気ライン14が接続されており、ドレンタンク13内は減圧状態とされる。補助ライン11は、一体構造の2弁3方切換バルブ15A, 15Dを介して移送ライン6A, 6Dに接続されている。また、補助ライン11には監視装置16が設けられており、この監視装置16により配管内を流れている流体の状態、例えば、流体が液体であるか気体であるかを判別することができる。なお、3弁4方切換バルブ10A, 10D、2弁3方切換バルブ15A, 15Dおよび監視装置16の詳細については後述する。

【0021】

図2のチャージガスライン5、移送ライン6A, 6D, 6E、キャリアガスライン7、補助ライン11, 12および真空排気ライン14には開閉バルブV1～V10がそれぞれ設けられており、各開閉バルブV1～V10の開閉および2弁3方切換バルブ15の切換を適宜切り換えることによって後述する真空引き、ガスパージおよび溶剤洗淨が行われる。チャージガスライン5には逆止弁17A, 17Dが、移送ライン6A, 6Dにはフィルタ18A, 18Dがそれぞれ設けられている。

【0022】

本実施の形態の液体材料供給装置1では、送液の安定性を図るために気泡の生じにくいフィルタ18A, 18Dを移送ライン6A, 6Dに設けるとともに、液体材料中に析出物が生じないように配管中のデッドボリュームを極力低減するようにした。図4はフィルタ18Aの詳細を説明する図であり、(a)はフィルタの断面図であり、(b)は流量安定性を定性的に示した図である。図4(a)に示すように、移送ライン6Aに設けられたフィルタ18Aのボディ20内には、

シート状のフィルタエレメント 2 1 が送液方向に対してほぼ直角に配設されている。なお、フィルタ 1 8 D も、フィルタ 1 8 A と全く同一の構造を有している。

【 0 0 2 3 】

このフィルタエレメント 2 1 にはステンレス鋼 (SUS) 線材のメッシュを積層したものが用いられるが、本実施の形態では、線径の細いメッシュと線径の太いメッシュの 2 種類のメッシュを積層した。その結果、フィルタ 1 8 A は従来の焼結フィルタに比べて圧力損失が低く、かつ、良好な整流作用を有しており、気泡の発生が抑えられて流量が安定する。また、線径の細いメッシュだけではなく線径の太いメッシュも用いることにより、フィルタエレメント 2 1 の強度の向上を図った。また、フィルタエレメント 2 1 としては、PTFE のメッシュを積層したものを用いても良く、SUS のものに比べて耐食性が向上する。

【 0 0 2 4 】

図 4 (b) は、フィルタエレメント 2 1 を使用した場合のフィルタ 1 8 A の性能を、従来の焼結フィルタの場合と比較したものであり、 $\phi 1.6 \times 0.5$ の配管にフィルタ 1 8 A とマスフローコントローラとを 2 (m) の間隔で配設し、溶剤 THF を流量 0.8 (ml/min) で流したときのマスフローコントローラの出力を示したものである。図 4 (b) の上段は従来の焼結フィルタの場合を示したものであり、気泡の発生により出力が上下にふらついている。一方、下段は本実施の形態のフィルタ 1 8 A の場合を示したもので、従来のような出力のふらつきは見られず、流量が安定していることがわかる。

【 0 0 2 5 】

特に、マスフローコントローラを用いて流量制御を行う場合には、マスフローコントローラでの差圧が最低でも $0.5 \text{ (kg/cm}^2\text{)}$ 以上必要となり、フィルタ部分で気泡が発生しやすくなるので上述したフィルタ 1 8 A はより効果的に作用する。

【 0 0 2 6 】

気化器 2 に液体材料 4 A ~ 4 C を供給する場合には、図 5 に示すように各バルブの開閉を制御する。なお、図 5 では、バルブの開閉状態が分かり易いように、バルブが閉じている場合にはバルブ記号を黒く塗りつぶして示し、チャージガス

の流れは破線の矢印で、液体材料 4 A～4 C および溶剤 4 D の流れは実線の矢印で示した。図 5 に示すように、液体材料供給時には、開閉バルブ V 1, V 3, V 5～V 1 0、2 弁 3 方切換バルブ 1 5 A, 1 5 D の各バルブユニット V 2 2、3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A, 1 0 D の各バルブユニット V 3 1, 3 3 をそれぞれ開状態とする。一方、開閉バルブ V 2, V 4, V 5、2 弁 3 方切換バルブ 1 5 A, 1 5 D の各バルブユニット V 2 1、3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A, 1 5 D の各バルブユニット V 3 2 をそれぞれ閉状態とする。なお、2 弁 3 方切換バルブ 1 5 A, 1 5 D および 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A, 1 0 D の詳細は後述する。

【 0 0 2 7 】

図 5 のように各バルブの開閉状態を制御すると、材料容器 3 A～3 C および溶剤容器 3 D 内にチャージガスが導入されて、液体材料 4 A～4 C および溶剤 4 D が各容器 3 A～3 D から移送ライン 6 A～6 D にそれぞれ送出される。移送ライン 6 A～6 D に送出された液体材料 4 A～4 C および溶剤 4 D は、移送ライン 6 E で混合状態となるとともに、導入されたキャリアガスにより気液 2 相流状態となって気化器 2 へと送り込まれる。

【 0 0 2 8 】

《 2 弁 3 方切換バルブの説明 》

次に、図 6, 7 を参照して 2 弁 3 方切換バルブ 1 5 (1 5 A, 1 5 D) について説明する。図 6 は 2 弁 3 方切換バルブ 1 5 の一例を示す図であり、(a) は正面図、(b) は (a) の A 矢視図、(c) はフローダイアグラムである。また、図 7 において、(a) は図 6 (b) の B-B 断面図であり、(b) は (a) の C-C 断面図である。2 弁 3 方切換バルブ 1 5 は、図 6 (c) のフローダイアグラムに示すように 2 つの開閉バルブ V 2 1, V 2 2 を一体構造としたものであり、3 つのポート P 1, P 2, P 3 を有している。本実施の形態では、開閉バルブ V 2 1, V 2 2 をバルブユニット V 2 1, V 2 2 と呼ぶことにする。

【 0 0 2 9 】

1 5 0 A, 1 5 0 B はバルブ駆動部であり、外部から供給される圧搾空気により駆動される。図 7 に示すようにボディ 1 5 1 内にはバルブユニット V 2 2, V 2 1 に関する二つのダイアフラム 1 5 2 A, 1 5 2 B が設けられており、それぞ

れ図示上下方向に駆動されるピストン 1 5 3 A, 1 5 3 B によってバルブ開閉動作が行われる。

【0 0 3 0】

図 7 では、ピストン 1 5 3 A がバネ 1 5 5 A の付勢力によって図示上方に駆動されて、ダイアフラム 1 5 2 A がバルブシート 1 5 4 A に押圧されている。一方、ピストン 1 5 3 B がバネ 1 5 5 B の付勢力によって図示下方に駆動されて、ダイアフラム 1 5 2 B がバルブシート 1 5 4 B に押圧されている。その結果、ポート P 1 とポート P 2 との間およびポート P 1 とポート P 3 との間はそれぞれ遮断されている。

【0 0 3 1】

図 7 の状態において、エアインレット 1 5 6 A に圧搾空気を供給すると、ガス圧によりピストン 1 5 3 A が下方に駆動され、当接していたダイアフラム 1 5 2 A がバルブシート 1 5 4 A から離れる。その結果、ポート P 1 とポート P 2 とが連通される。一方、エアインレット 1 5 6 B に圧搾ガスを供給すると、ガス圧によりピストン 1 5 3 B が上方に駆動されてダイアフラム 1 5 2 B がバルブシート 1 5 4 B から離れる。この場合、ポート P 1 とポート P 3 とが連通される。

【0 0 3 2】

図 2 に示す例では、ポート P 1, P 2 が移送ライン 6 (6 A, 6 D) に接続され、ポート P 3 が補助ライン 1 1 に接続されている。例えば、材料容器 3 A から移送ライン 6 A へと液体材料 4 A を送出する際には、バルブユニット V 2 2 を開くとともにバルブユニット V 2 1 を閉じて、図 6 (c) の R 1 のようにポート P 1 からポート P 2 へと液体材料 4 A を導く。一方、後述するように材料容器 3 A の着脱を行う際の配管洗浄の場合には、バルブユニット V 2 2 を閉じるとともにバルブユニット V 2 1 を開いて、図 6 (c) の R 2 のようにポート P 1 からポート P 3 へと洗浄廃液を導く。

【0 0 3 3】

そのため、矢印 R 1 のように液体材料 4 A を移送ライン 6 A へと送出する場合には管路 2 1 の部分がデッドボリウムとなり、矢印 R 2 のように洗浄廃液を流す場合には、管路 2 0 の部分がデッドボリウムとなる。図 7 (a) に示すよう

に、ポートP1はダイヤフラム152Aとダイヤフラム152Bとの間に設けられているので、管路20はポートP1とダイヤフラム152Aとの間の空間であり、管路21はポートP1とダイヤフラム152Bとの間の空間となる。一方、従来のようにバルブユニットV21、V22の部分に独立した開閉バルブをそれぞれ用いる場合には、20、21の部分は配管部分となる。そのため、本実施の形態では、配管が3方に分岐している部分のデッドボリュームを従来より小さくすることができる。

【0034】

《3弁4方切換バルブの説明》

次いで、3弁4方切換バルブ10（10A、10D）について説明する。図8は3弁4方切換バルブ10の一例を示す外観図であり、（a）は平面図、（b）は（a）のD矢視図である。ボディ101には4つのポートP11～P14が設けられており、100A～100Cは駆動部である。3弁4方切換バルブ10のフローダイアグラムは図9（a）のようになり、3つのバルブユニットV31、V32、V33を一体構造としたものである。

【0035】

図9（b）はボディ101内の構造を模式的に示したものであり、図9（a）のフローダイアグラムに対応させて図示した。各バルブユニットV31～V33は同一構造を有しており、ボディ101内にはダイヤフラム112A、112B、112C、ピストン113A、113B、113C、バルブシート114A、114B、114Cがそれぞれ設けられている。なお、図9（b）では、ピストン113A～113Cの駆動機構は図7（a）に示した2弁3方切換バルブ15の場合と同一構造なので、図示を省略した。図9（b）に示した状態では、各ダイヤフラム112A～112Cはピストン113A～113Cによってバルブシート114A～114Cに押圧されており、バルブユニットV31～V33は全て閉状態となっている。

【0036】

図9（b）に示す状態からピストン113Aを図示左方向に駆動すると、ダイヤフラム112Aがバルブシート114Aから離れてポートP11とP12とが

連通する。また、ピストン 1 1 3 C を図示右方向に駆動すると、ダイヤフラム 1 1 2 C がバルブシート 1 1 4 C から離れてポート P 1 3 と P 1 4 とが連通する。ボディ 1 0 1 内には、ポート P 1 1 と連通する管路 1 1 5 およびポート P 1 3 と連通する管路 1 1 6 が形成されており、ピストン 1 1 3 B を上方に駆動すると、ダイヤフラム 1 1 2 B がバルブシート 1 1 4 B から離れて管路 1 1 5 と管路 1 1 6 とが連通する。すなわち、ポート P 1 1 とポート P 1 3 とが連通される。

【 0 0 3 7 】

図 2 に示した例では、ポート P 1 1 はチャージガスライン 5 のコネクタ C 側に接続され、ポート P 1 2 は材料容器 3 A および溶剤容器 3 D 側に接続されている。また、ポート P 1 3 は移送ライン 6 (6 A, 6 D) のコネクタ側に接続され、ポート P 1 4 は材料容器 3 A 側および溶剤容器 3 D 側に接続されている。例えば、材料容器 3 A から移送ライン 6 A へと液体材料 4 A を送出する際には、図 5 に示すようにバルブユニット V 3 2 を閉じるとともにバルブユニット V 3 1, V 3 3 を開く。

【 0 0 3 8 】

このとき、チャージガスは図 5, 図 9 (a) の R 3 のようにポート P 1 1 からポート P 1 2 へと流れて材料容器 3 A 内に導入され、材料容器 3 A (図 5 参照) 内の液体材料 4 A はポート P 1 4 からポート P 1 3 へと導かれて、移送ライン 6 A へと送出される。また、後述するガスパージや配管洗浄の場合には、図 9 (a) のバルブユニット V 3 1, V 3 3 を閉じるとともにバルブユニット V 3 2 を開いて、R 6 のようにポート P 1 1 からポート P 1 3 へとチャージガスや洗浄用溶剤を流す。

【 0 0 3 9 】

この 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 の場合も、上述した 2 弁 3 方切換バルブ 1 5 と同様にデッドボリウムを低減することができる。すなわち、図 9 (a) に示すような回路を従来のように独立した開閉バルブで構成する場合には、バルブユニット V 3 1 ~ V 3 3 を各々開閉バルブで置き換えることになる。この場合、図 9 (a) の符号 1 2 0, 1 2 1 で示す部分は配管構成となるため、デッドボリウムが大きくならざるを得ない。一方、本実施の形態では、一体構造の 3 弁 4 方切換

バルブ10を使用し、ボディ101内に形成された管路115, 116の容積を配管構造の場合より小さくすることによって、従来よりデッドボリュームを小さくすることができた。

【0040】

前述したように、各3弁4方切換バルブ10A, 10DはコネクタCに関して材料容器3Aおよび溶剤容器3D側に設けられ、材料補充の際には、各3弁4方切換バルブ10A, 10Dと容器3A, 3Dの各々とが一体となってコネクタC部分で着脱される。例えば、材料容器3AをコネクタCの部分でチャージガスライン5および移送ライン6Aから取り外す場合には、図5の状態から図10(a)に示すように開閉バルブV3, V6、バルブユニットV22, V31, V33を閉じるとともに、開閉バルブV2, V4、バルブユニットV21, V32を開く。

【0041】

このようにバルブ開閉状態を制御すると、溶剤容器3Dから移送ライン6Dに送出された溶剤4Dは、開閉バルブV2→補助ライン12→開閉バルブV4→バルブユニットV32→バルブユニットV21→補助ライン11の順に流れ、ドレンタンク13へと排出される。このような経路で溶剤4Dを流すことにより、図10(a)の太い実線で示した管路F1内に滞留していた液体材料4Aは溶剤4Dにより洗浄され、その洗浄廃液は補助ライン11を介してドレンタンク13へと排出される。なお、管路F1は、図9(b)のポートP11, P13および管路115, 116に対応している。

【0042】

管路F1部分の洗浄が終了したならば、材料容器3Aおよび3弁4方切換バルブ10Aを一体でコネクタC部分から取り外す。そして、材料容器3Aに液体材料4Aを補充した後に、再びコネクタC部分に接続する。なお、管路F1部分の洗浄終了後、さらに、図10(b)のようにバルブ開閉を切り換え、管路F1内をチャージガスでパージして管路F内の溶剤を除去するようにしても良い。

【0043】

上述したように材料容器3Aと3弁4方切換バルブ10Aとを一体でライン5

、6 A から取り外せる構造とし、かつ、図 1 0 に示したように管路 F 1 部分を洗浄した後に材料容器 3 A を取り外すようにすれば、大気に触れる部分である管路 F 1 内に液体材料が残留することがない。その結果、材料容器 3 A の着脱動作を行っても、液体材料 4 A と大気との反応生成物が管路 F 1 内に生じることがない。

【 0 0 4 4 】

ところで、上述した 2 弁 3 方切換バルブ 1 5 A ~ 1 5 D や 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A ~ 1 0 D において、ダイアフラム 1 5 2 A, 1 5 2 B, 1 1 2 A ~ 1 1 2 C やバルブシート 1 5 4 A, 1 5 4 B, 1 1 4 A ~ 1 1 4 C に樹脂材を用いる場合には、耐熱性や耐薬品性に優れる PEEK (polyether ether ketone), PTFE (polytetrafluoroethylene), PI (polyimide) および PBI (polybenzimidazole) 等を使用すると良い。このような材料を用いることにより耐久性の向上を図ることができる。

【 0 0 4 5 】

《洗浄作業の説明》

次に、気化作業開始前の洗浄作業について説明する。本実施の形態では、洗浄作業の際の、真空引き、ガスパージ、溶剤洗浄について説明する。実際の洗浄作業では、効果的なライン内洗浄が行われるように、これらの工程が種々組み合わせて用いられる。例えば、真空引き（またはガスパージ）→溶剤洗浄と行われたり、真空引きおよびガスパージを何回か行った後に溶剤洗浄がおこなわれたりする。また、溶剤洗浄後に、その洗浄液を除去するためのガスパージを行う場合もある。

【 0 0 4 6 】

(1) 真空引き

まず、排気ライン 1 4 を用いた、移送ライン 6 A ~ 6 D、補助ライン 1 1, 1 2 の真空引きについて説明する。図 1 1 は真空引きの際のバルブ開閉状態を示す図であり、開閉バルブ V 6, V 9, V 1 0、および材料容器 3 A, 3 D に設けられた A 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A, 1 0 D の各バルブユニット V 3 1, V 3 3 を平状態とし、その他は開状態とする。このようにバルブ開閉を制御すると、チャ

ージガスライン 5, 移送ライン 6A~6D および補助ライン 11, 12 は、真空排気ライン 14 を介して不図示の真空排気装置により真空引きされる。

【0047】

(2) ガスパージ

図 12 はガスパージの際のバルブ開閉状態を示す図であり、図 11 の開閉バルブ 10 を閉状態から開状態へと切り換えたものである。チャージガスは破線矢印で示すようにチャージガスライン 5, 移送ライン 6A~6D および補助ライン 11, 12 を流れて、真空排気ライン 14 が接続されたドレンタンク 13 へと排出される。

【0048】

(3) 溶剤洗浄

図 13 は溶剤洗浄の際のバルブ開閉状態を示す図であり、本実施の形態では溶剤容器 3D 内の溶剤 4D を用いて配管洗浄を行う。図 13 に示すバルブ開閉状態は、図 12 に示す状態から開閉バルブ V3, 2 弁 3 方切換バルブ 15A, 15D のバルブユニット V21 および 3 弁 4 方切換バルブ 10D のバルブユニット V32 を開状態から閉状態へと切り換え、かつ、3 弁 4 方切換バルブ 10D のバルブユニット V31, V33 を閉状態から開状態へと切り換えたものである。

【0049】

チャージガスライン 5 から溶剤容器 3D 内に加圧されたチャージガスが供給され、溶剤容器 3D 内の溶剤 4D が移送ライン 6D に送出される。移送ライン 6D に送出された溶剤 4D は、分岐点 P40 において、移送ライン 6D 内を図示上方の流量制御バルブ 9D 方向に流れるものと、開閉バルブ V2 を介して補助ライン 12 へ流れるものとに分かれる。

【0050】

分岐点 P40 から補助ライン 12 に流れ込んだ溶剤 4D は、さらに分岐点 P41 で 2 つに分かれる。分岐点 41P で図示下方に分岐したものは、開閉バルブ V4→3 弁 4 方切換バルブ 10A のバルブユニット V32→2 弁 3 方切換バルブ 15A のバルブユニット V22→移送ライン 6A の順に流れ、移送ライン 6A 内を流量制御バルブ 9A 方向へと導かれる。

【0051】

一方、分岐点P41において図示上方へと分岐した溶剤4Dの流れは、補助ライン12を介して材料容器3B側に導かれる。なお、図2や図11では材料容器3B、3Cの配管系の図示が省略されているが、材料容器3Aに関する配管系、すなわち、開閉バルブV2より図示右側に示された補助ライン12、チャージガスライン5、移送ライン6A、補助ライン11、およびそれらのラインに配設されているバルブ等と同一のものが材料容器3B、3Cについても設けられている。そして、材料容器3Aの配管系の場合と同様の経路で溶剤4Dが導入され、移送ライン6B、6C内を流量制御バルブ9B、9C方向へと導かれる。移送ライン6A～6D内の溶剤4Dは移送ライン6Eにおいて合流し、開閉バルブV5および補助ライン11を介してドレンタンク13に収容される。

【0052】

《液置換作業の説明》

上述した真空引き、ガスバージ、溶剤洗浄を行って移送ライン6A～6Dの洗浄が終了したならば、移送ライン6A～6Dを液体材料4A～4C、溶剤4Dで満たす液置換を行う。その場合、洗浄作業終了時に配管内がチャージガスで満たされている場合には「ガス→液」置換が行われ、配管内が溶剤4Dで満たされている場合には「液→液」置換が行われる。

【0053】

図14は液置換の際のバルブ開閉状態を示す図であり、開閉バルブV1、V3、V5、V7、V8、V10、2弁3方切換バルブ15A、15Dの各バルブユニットV22および3弁4方切換バルブ10A、10Dの各バルブユニットV31、V33が開状態とされ、かつ、開閉バルブV2、V4、V6、V9、2弁3方切換バルブ15A、15Dの各バルブユニットV21および3弁4方切換バルブ10A、10Dの各バルブユニットV32が閉状態とされる。

【0054】

このとき、各移送ライン6A～6C内はチャージガスまたは洗浄液（溶剤4D）から液体材料4A～4Cへと置換され、移送ライン6D内はチャージガスまたは洗浄液から溶剤4Dへと置換される。移送ライン6A～6Dを満たした液体材

料4A～4Cおよび溶剤4Dは、移送ライン6Eで混合状態となった後に、開閉バルブV5および補助ライン11を介してドレンタンク13へと排出される。

【0055】

この置換作業の最中には、配管内のチャージガスまたは洗浄液が完全に液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dと置き換わったか否かを監視装置16により検出する。図15は監視装置16の概念図である。監視装置16内には補助ライン11が接続される管路160が形成されており、図示上側に接続された補助ライン11から監視装置16に流入した流体（チャージガス、液体材料4A～4C）は、管路160を通過した後に下側に接続された補助ライン11へと導かれる。

【0056】

管路160の途中には、ガラス等の光透過性部材で形成された光透過窓161が設けられている。監視装置16内には、光透過窓161を挟んで発光素子162と受光素子163とが互いに対向するように設けられており、それらは制御部164によりコントロールされている。例えば、発光素子162にはLED等が用いられ、発光素子163にはフォトダイオードやフォトトランジスタ等が用いられる。

【0057】

管路160中を液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dの混合液が流れている場合には、チャージガスや溶剤4Dが流れている場合に比べて光透過率が低下するので受光素子163の受光量も低下する。そこで、管路160に溶剤4Dまたはチャージガスが流れているときの受光量をW1、管路160に混合液が流れているときの受光量をW2としたとき、 $W1 > W3 > W2$ を満たす適当な基準受光量W3を設定する。そして、受光量Wが「 $W \geq W3$ 」から「 $W < W3$ 」へと変化したならば、制御部164は移送ライン6A～6Dの「ガス→液」置換または「液→液」置換が完全に終了したと判定し、置換作業を終了させる。置換作業が終了したならば、バルブ開閉状態を図5のように切り換えて気化作業を開始する。

【0058】

なお、上述した例では監視装置16を液置換時の置換状況の確認に使用したが、例えば、移送ライン6A～6Dに監視装置16を設けて、気泡の発生や液の有

無を判定することもできる。また、特開平 1 1 - 3 4 5 7 7 4 号公報に開示されているような吸光分析装置 2 0 0 を、図 1 4 に示すように補助ライン 1 1 に設けて、液の劣化や液の混合状態を判定するようにしても良い。

【 0 0 5 9 】

ところで、材料容器 3 A ~ 3 C や溶剤容器 3 D 内の液体材料 4 A ~ 4 C および溶剤 4 D の残量を計測する際には、耐薬品性との観点から一般的な液面センサを使用することができない。そこで、上述した実施の形態では、マスフローメータ 9 A ~ 9 D で計測された流量と時間との積を算出することにより残量を算出するようにしている。また、容器 3 A ~ 3 D 内の加圧ガス（チャージガス）の圧力変化からも液残量を算出することができる。

【 0 0 6 0 】

図 1 6 は図 2 の材料容器 3 A 部分を拡大した図であり、材料容器 3 A は断面で示した。材料容器 3 A のチャージガスライン側には配管 3 0 0 を介して圧力計 3 0 1 が設けられている。3 0 2 は、圧力計 3 0 1 で検出された圧力の変化から材料容器 3 A 内の液残量を算出する残量計測装置である。液残量を計測する際には、加圧されたチャージガスを材料容器 3 A 内に供給した後に開閉バルブ V 1 を閉じ、液体材料 4 A が一定量送出される間または所定時間の経過する間の圧力変化を圧力計 3 0 1 で計測する。このときの送出量は、図 1 に示すマスフローメータ 9 A により計測する。

【 0 0 6 1 】

しかし、同一量の液体材料 4 A が送出された場合でも、液面が L 1 から L 2 へと変化する場合と、液面が L 3 から L 4 へと変化する場合とでは、その間の容器 3 A 内の圧力変化が異なる。例えば、液面が L 1 から L 2 へと変化する場合の方が、L 3 から L 4 へと変化する場合よりも圧力変化が大きい。残量計測装置 3 0 2 には液残量と圧力変化との関係式が予め記憶されており、圧力計 3 0 1 により検出される圧力変化をその関係式に代入することによって液残量が算出される。

【 0 0 6 2 】

図 1 6 に示す例では、材料容器 3 A 内に液体材料 4 A を充填し、その容器 3 A 内に加圧されたチャージガスを導入して、ガス圧により液体材料 4 A を移送ライ

ン 6 A に送出している。このとき、加圧されたチャージガスが液面に直接接触しているため、液体材料 4 A にチャージガスが溶け込み易く、溶け込んだガスが移送ライン 6 A 中で再び放出されて気泡が発生しやすくなる。そこで、図 1 7 に示すような容器 3 0, 3 1 を材料容器 3 A ~ 3 C や溶剤容器 3 D として用いることにより、このような溶存ガス量を低減することができる。さらに、チャージガス中の水分が液体材料に吸収されるのを防止することができる。

【 0 0 6 3 】

図 1 7 において、(a) は材料容器の第 1 の変形例を示す断面図であり、(b) は第 2 の変形例を示す断面図である。図 1 7 (a) に示す容器 3 0 では、ケーシング 3 0 3 内には P T F E 等の耐薬品性材料からなる気密性袋 3 0 4 が収められていて、ケーシング 3 0 3 と袋 3 0 4 との二重構造となっている。袋 3 0 4 内には液体材料 4 A が収容され、袋 3 0 4 とケーシング 3 0 3 との間の空間 S 1 にはチャージガスライン 5 を介して加圧されたチャージガスが導入される。袋 3 0 4 の底部はケーシング 3 0 3 に固着されており、袋 3 0 4 がチャージガスの圧力により図示左右方向に押しつぶされると、袋 3 0 4 内の液体材料 4 A が配管 3 0 5 および 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A を介して移送ライン 6 A に送出される。

【 0 0 6 4 】

一方、図 1 7 (b) に示す容器 3 1 では、容器 3 0 の袋 3 0 4 の代わりに S U S 等の金属や P T F E 等により形成されたベローズ 3 1 1 がケーシング 3 0 3 内に設けられている。ベローズ 3 1 1 とケーシング 3 0 3 との間の空間 S 1 にチャージガスが導入されると、ガス圧によりベローズ 3 1 1 が図示上方に収縮し、ベローズ 3 1 1 内に収容された液体材料 4 A が配管 3 1 2 および 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A を介して移送ライン 6 A に送出される。

【 0 0 6 5 】

図 1 8 は材料容器の第 3 の変形例を示す断面図である。材料容器 3 2 はベローズ 3 2 1, 3 2 2 を有しており、ベローズ 3 2 1 の上下両端は上側プレート 3 2 3 A および移動プレート 3 2 3 B にそれぞれ固着され、ベローズ 3 2 2 の上下両端は移動プレート 3 2 3 B および下側プレート 3 2 3 C にそれぞれ固着されている。上側プレート 3 2 3 A と下側プレート 3 2 3 C とはロッド 3 2 4 およびナッ

ト 3 2 5 とにより連結されており、両プレート 3 2 3 A, 3 2 3 C 間の間隔は所定間隔に保たれている。

【 0 0 6 6 】

ベローズ 3 2 1 内には液体材料が収容され、上側プレート 3 2 3 A を貫通して設けられた配管 3 2 6 により液体材料の充填および排出を行うことができる。一方、ベローズ 3 2 2 内には、配管 3 2 7 および下側プレート 3 2 3 C に形成された管路 3 2 8 を介してチャージガスが供給される。配管 3 2 7 は上側プレート 3 2 3 A および移動プレート 3 2 3 B を貫通し、下側プレート 3 2 3 C に固設される。なお、配管 3 2 6, 3 2 7 は上述した 3 弁 4 方切換バルブ 1 0 A に接続されている。

【 0 0 6 7 】

図 1 8 の状態においてベローズ 3 2 2 内にチャージガスをさらに供給すると、ベローズ 3 2 2 が上下に伸張して移動プレート 3 2 3 B が上方に押し上げられる。その結果、ベローズ 3 2 1 が上下に収縮されて内部の液体材料が配管 3 2 6 および切換バルブ（図 1 7 参照）を介して移送ラインに送出される。このとき、移動プレート 3 2 3 B の上下位置によりベローズ 3 2 2 内の液体材料の量を表示することができる。

【 0 0 6 8 】

なお、ベローズ 3 2 1 の材料としては SUS のような耐食性に優れた金属や、PTFE のような合成樹脂等が用いられる。また、図 1 8 に示す例では、ベローズ 3 2 2 内にチャージガスを供給して液体材料用ベローズ 3 2 1 を収縮させたが、エアシリンダやパンタグラフ機構を用いてベローズ 3 2 1 を上方向に収縮させるようにしても良い。

【 0 0 6 9 】

以上説明した実施の形態と特許請求の範囲の要素との対応において、ポート P 1 ~ P 3 は請求項 1 の第 1 ~ 第 3 の管路を、ダイヤフラム 1 5 2 A および 1 5 2 B は請求項 1 の第 1 および第 2 の弁体を、ポート P 1 1 ~ P 1 4 は請求項 2 の第 1 ~ 第 4 の管路を、ダイヤフラム 1 1 2 A ~ 1 1 2 C は請求項 2 の第 1 ~ 第 3 の弁体を、袋 3 0 4 は可撓性袋を、ベローズ 3 1 1 はベローズ状袋を、圧力計 3 0

1 および残量計測装置 3 0 2 は計測手段を、受光素子 1 6 3 は光電センサを、監視装置 1 6 および制御部 1 6 4 は検出手段を、マスフローメータ 8 A ~ 8 D は熱式質量流量計を、ベローズ 3 2 1 は第 1 のベローズ状袋を、ベローズ 3 2 2 は第 2 のベローズ状袋を、移動プレート 3 2 3 B は指示部材をそれぞれ構成する。

【0070】

【発明の効果】

以上説明したように、請求項 1 および請求項 2 の発明によれば、液体材料移送ライン中のデッドボリウムを低減することができ、液体材料の滞留に起因する析出物の発生を低減することができ、バルブの動作不良や気化器内での残渣の発生を防止することができる。また、液体材料移送ラインに関する、ガスバージ、洗浄および液置換等を充分に行うことができる。

特に、請求項 2 の発明では、材料容器を交換する際に、ライン洗浄を行った後に、材料容器と 3 弁 4 方切換バルブとを一体で取り外すことにより、材料容器交換前後における大気接触による金属析出を低減することができる。

請求項 3 の発明によれば、液体材料は供給ガスと接触することがないので、液体材料中へのガスの溶解込みを防止することができ、液体材料移送ライン中での気泡の発生を抑えて流量制御の安定性が向上する。特に、マスフローコントローラによる送液では、一般的にガス加圧により送液が行われるため有効である。

請求項 4 の発明によれば、計測手段が直接に液体材料と接触することがないので、腐食等による計測手段の不具合を防止することができる。

請求項 5 の発明によれば、第 1 のベローズ状袋内の液体材料は供給ガスと接触することがないので、液体材料中へのガスの溶解込みを防止することができ、液体材料移送ライン中での気泡の発生を抑えて流量制御の安定性が向上する。さらに、第 1 のベローズ状袋の伸縮に伴って指示部材が移動するので、指示部材の位置によって第 1 のベローズ状袋内の液体材料の量を確認することができる。

請求項 6 の発明によれば、ドレンタンク内が減圧状態とされているので、液体材料移送ライン中の流体はドレンタンクに排出されやすくなる。また、ドレンタンクは気化器直前の液体材料移送ラインに接続されるので、液体材料移送ラインの洗浄や液置換をよりスムーズに行うことができるとともに、確実な液置換や管

内洗浄を行うことができる。

請求項 7 の発明によれば、液体材料移送ライン中に生じた気泡を検出することができるので、気泡が発生しないような条件で液体材料を気化器に供給させるようにすることが可能となり、安定した材料供給を行うことができる。

請求項 8 の発明によれば、気化器から熱式質量流量計への熱影響を低減することができ、計測誤差を低減することができる。

また、請求項 8 および請求項 9 の発明によれば、流量制御弁と気化器との間の配管容量を低減することができ、流量制御の応答性の向上を図ることができる。

請求項 1 0 の発明によれば、液体材料に対する耐腐食性や耐薬品性が向上し、樹脂部材の寿命の向上を図ることができる。

請求項 1 1 および請求項 1 2 の発明によれば、フィルタに起因する気泡の発生を低減することができるとともに、線径の太いメッシュを加えることによりフィルタの強度向上を図ることができる。特に、請求項 1 2 の発明では、液体材料に対するフィルタの耐腐食性や耐薬品性が向上する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

気化装置全体の概略構成図である。

【図 2】

本発明による液体材料供給装置の一実施の形態を示す図である。

【図 3】

流量制御バルブ 9 A ～ 9 D の外観を示す図である。

【図 4】

フィルタ 1 8 A の詳細を説明する図であり、（a）はフィルタの断面図、（b）は流量安定性を示す図である。

【図 5】

気化器 2 に液体材料を供給する際の各バルブの開閉状態を示す図である。

【図 6】

2 弁 3 方切換バルブ 1 5 の一例を示す図であり、（a）は正面図、（b）は（a）の A 矢視図、（c）はフローダイアグラムである。

【図 7】

2 弁 3 方 切 換 バ ル ブ 1 5 を 説 明 す る 図 で あり、（a）は図 6 （b）の B - B 断面図で、（b）は（a）の C - C 断面図である。

【図 8】

3 弁 4 方 切 換 バ ル ブ 1 0 の 外 観 図 で あり、（a）は平面図、（b）は（a）の D 矢視図である。

【図 9】

3 弁 4 方 切 換 バ ル ブ 1 0 を 説 明 す る 図 で あり、（a）はフローダイアグラム、（b）は内部構造を模式的に示した図である。

【図 1 0】

材料容器交換時の洗浄およびガスパージを説明する図であり、（a）は洗浄時のバルブ開閉状態を示し、（b）はガスパージ時のバルブ開閉状態を示す。

【図 1 1】

真空引きの際のバルブ開閉状態を示す図である。

【図 1 2】

ガスパージの際のバルブ開閉状態を示す図である。

【図 1 3】

溶剤洗浄の際のバルブ開閉状態を示す図である。

【図 1 4】

液置換の際のバルブ開閉状態を示す図である。

【図 1 5】

監視装置 1 6 の概念図である。

【図 1 6】

図 2 の材料容器 3 A 部分を拡大した図であ

【図 1 7】

材料容器の変形例を示す図であり、（a）は第 1 の変形例を示す断面図であり、（b）は第 2 の変形例を示す断面図である。

【図 1 8】

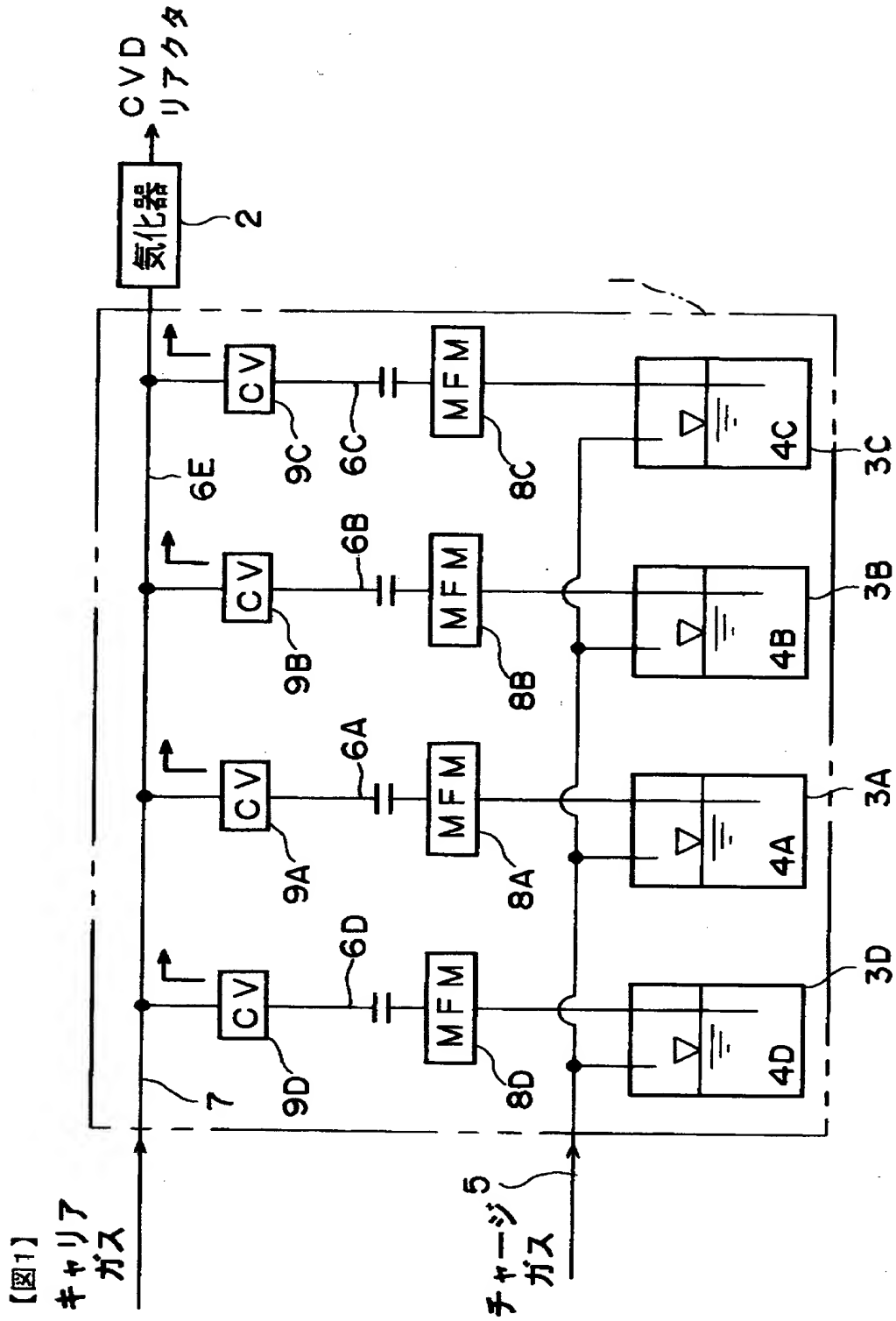
材料容器の第 3 の変形例を示す断面図である。

【符号の説明】

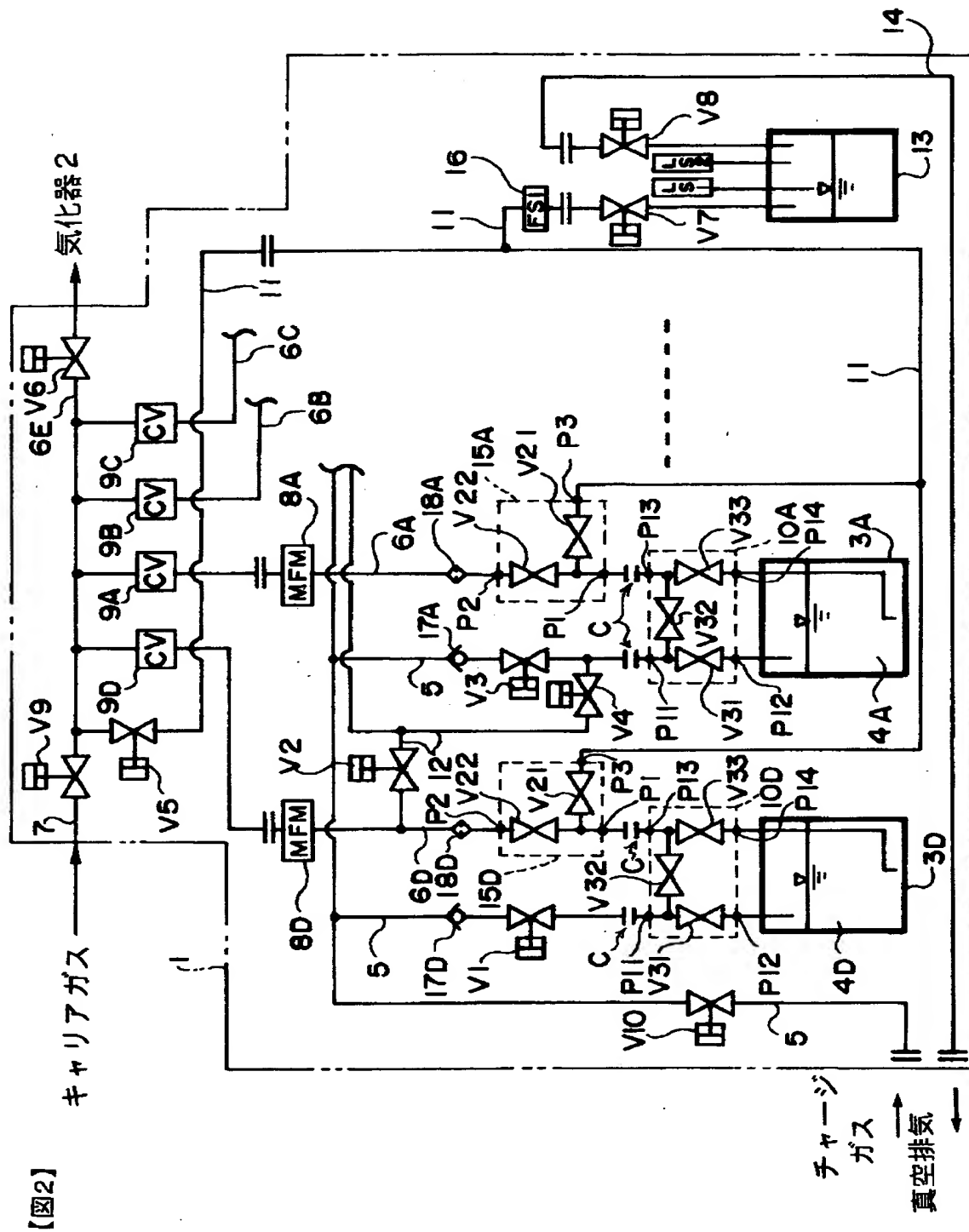
- 1 液体材料供給装置
- 2 気化器
- 3 A～3 C 材料容器
- 3 D 溶剤容器
- 4 A～4 C 液体材料
- 4 D 溶剤
- 5 チャージガスライン
- 6 A～6 E 移送ライン
- 8 A～8 D マスフローメータ
- 9 A～9 D 流量制御バルブ
- 10, 10 A, 10 B 2弁3方切換バルブ
- 13 ドレンタンク
- 15, 15 A, 15 D 3弁4方切換バルブ
- 16 監視装置
- 18 A, 18 D フィルタ

【書類名】 図面

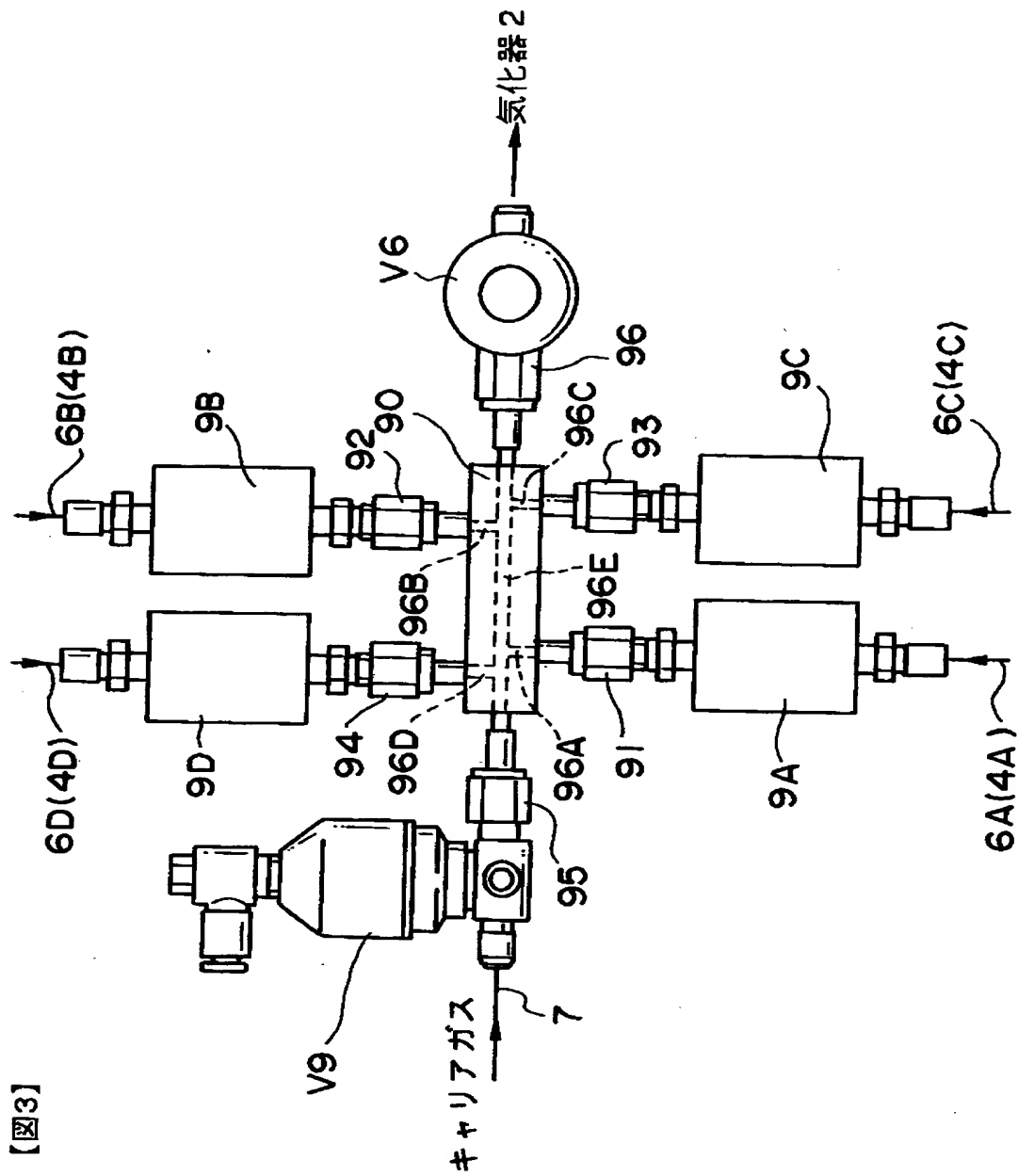
【図1】



【図 2】



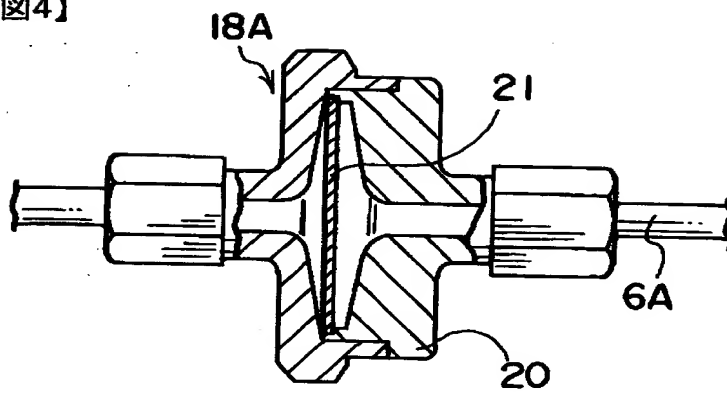
【図3】



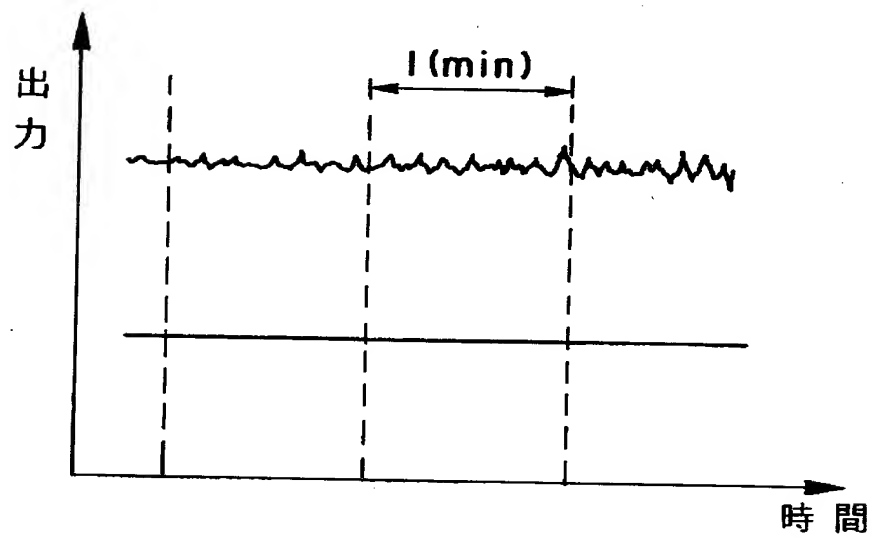
【図3】

【図4】

【図4】

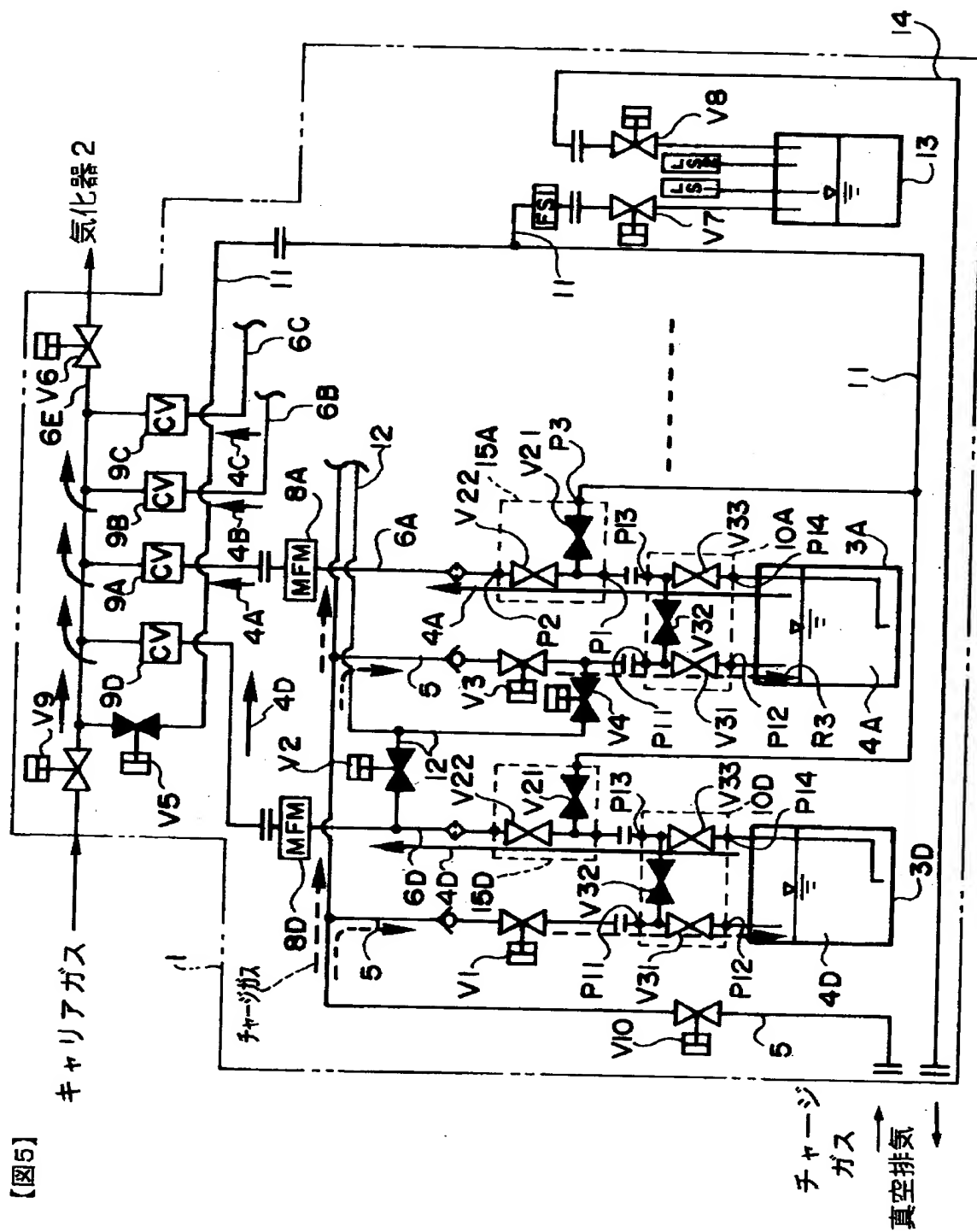


(a)



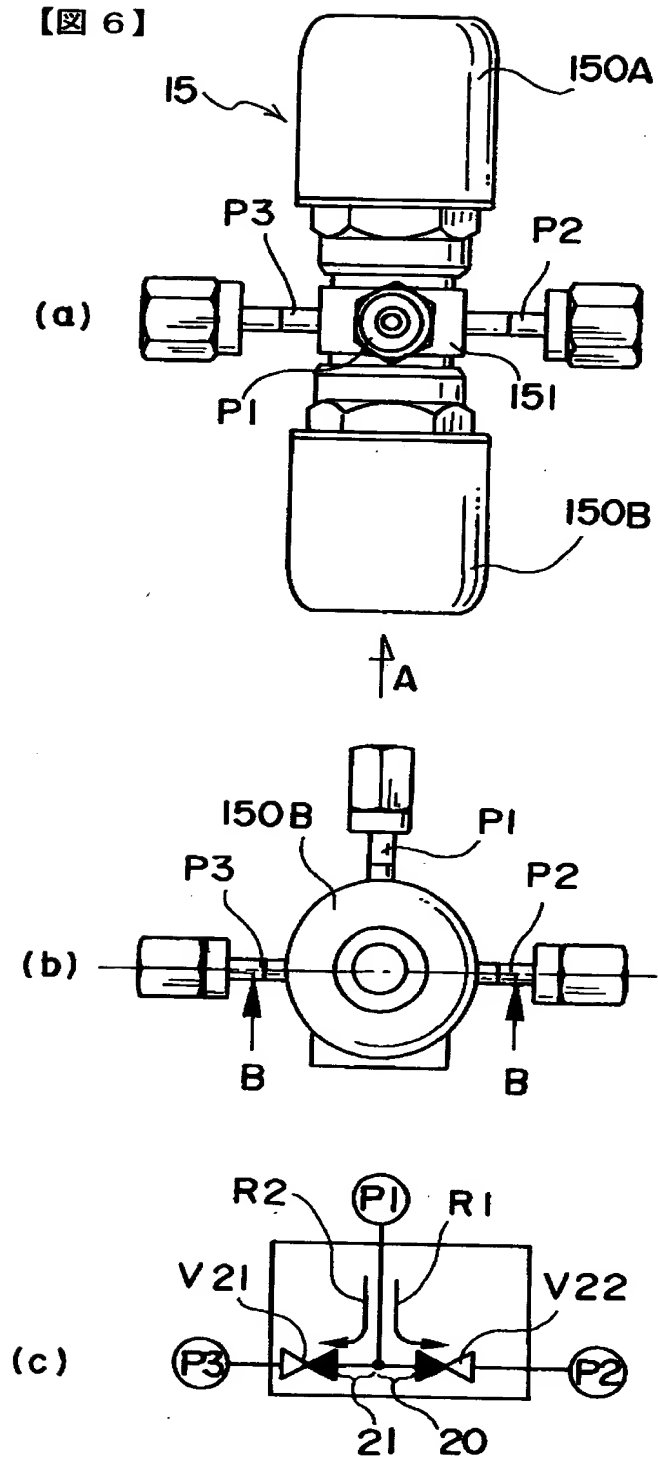
(b)

【図 5】



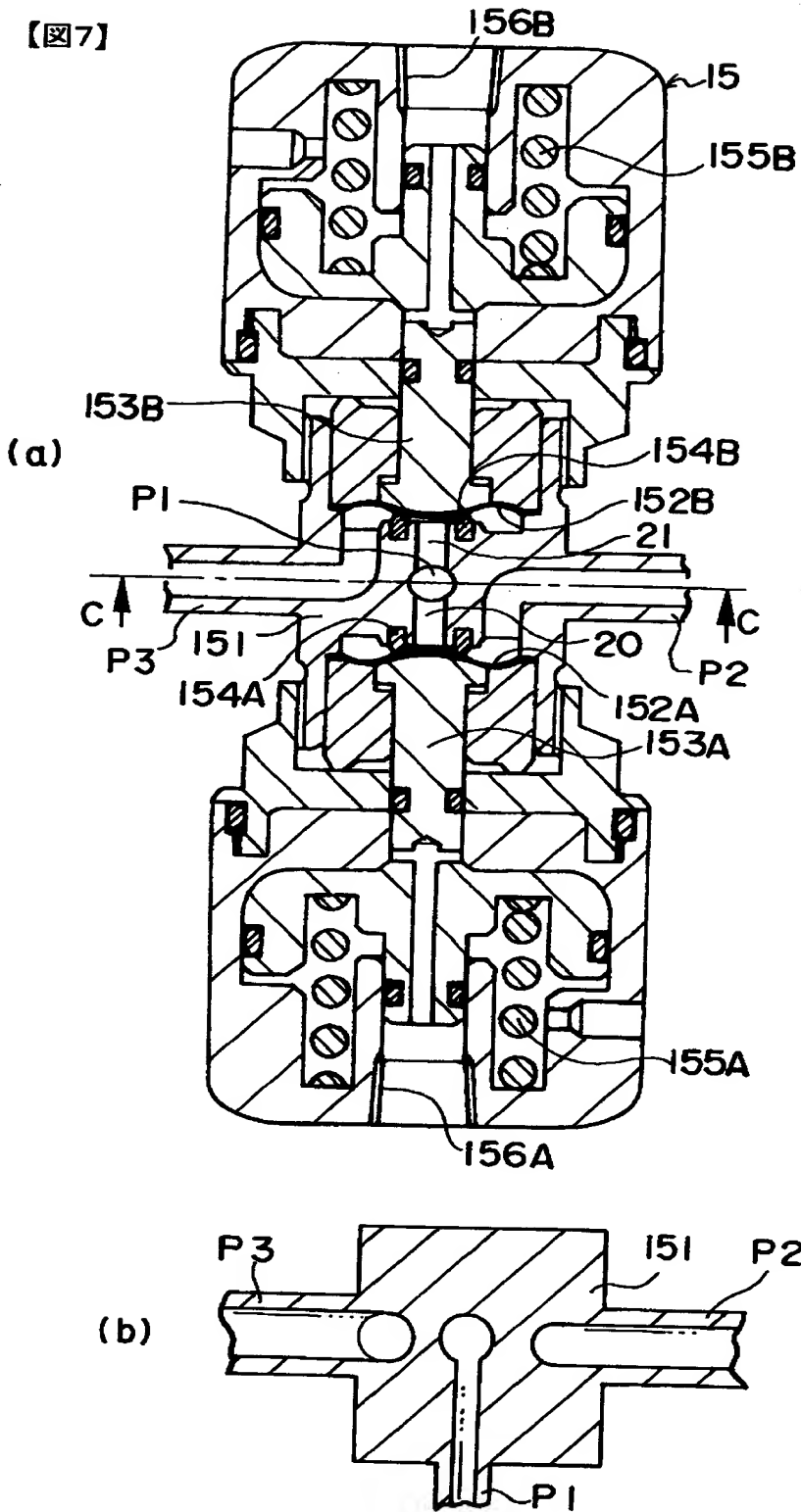
【図6】

【図6】



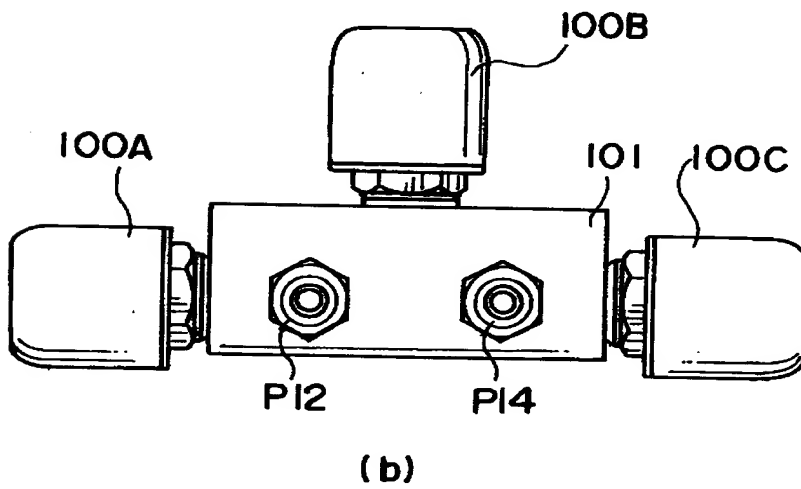
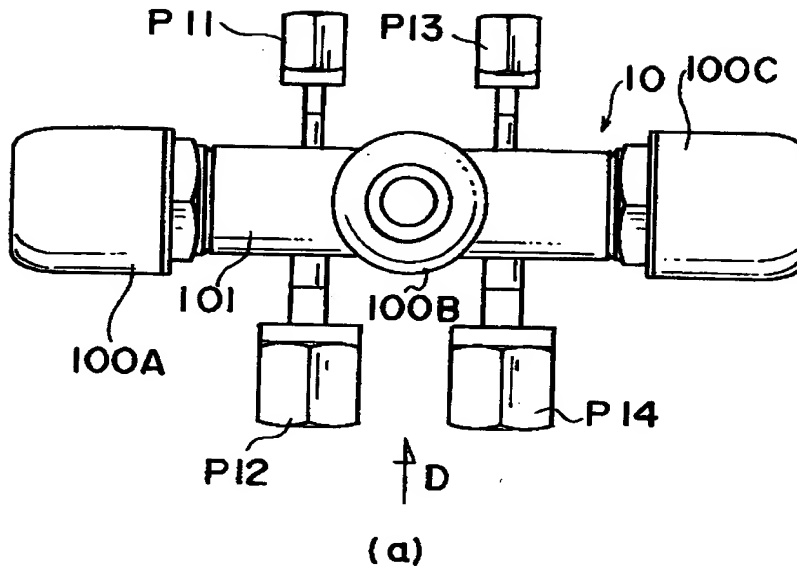
【図7】

【図7】



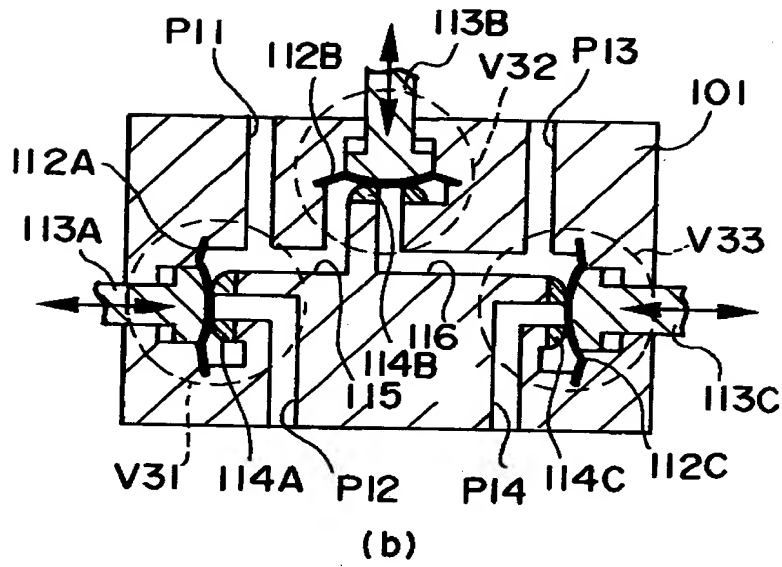
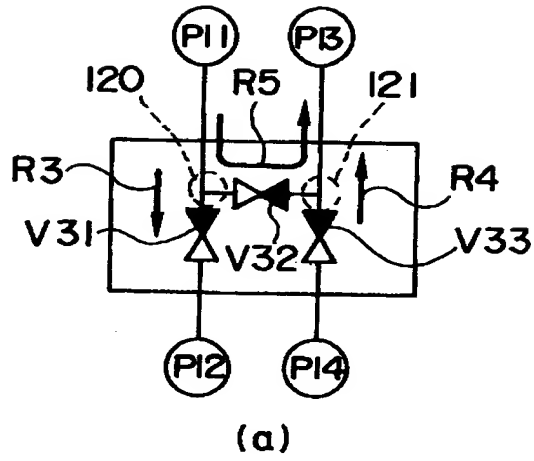
【図8】

【図8】



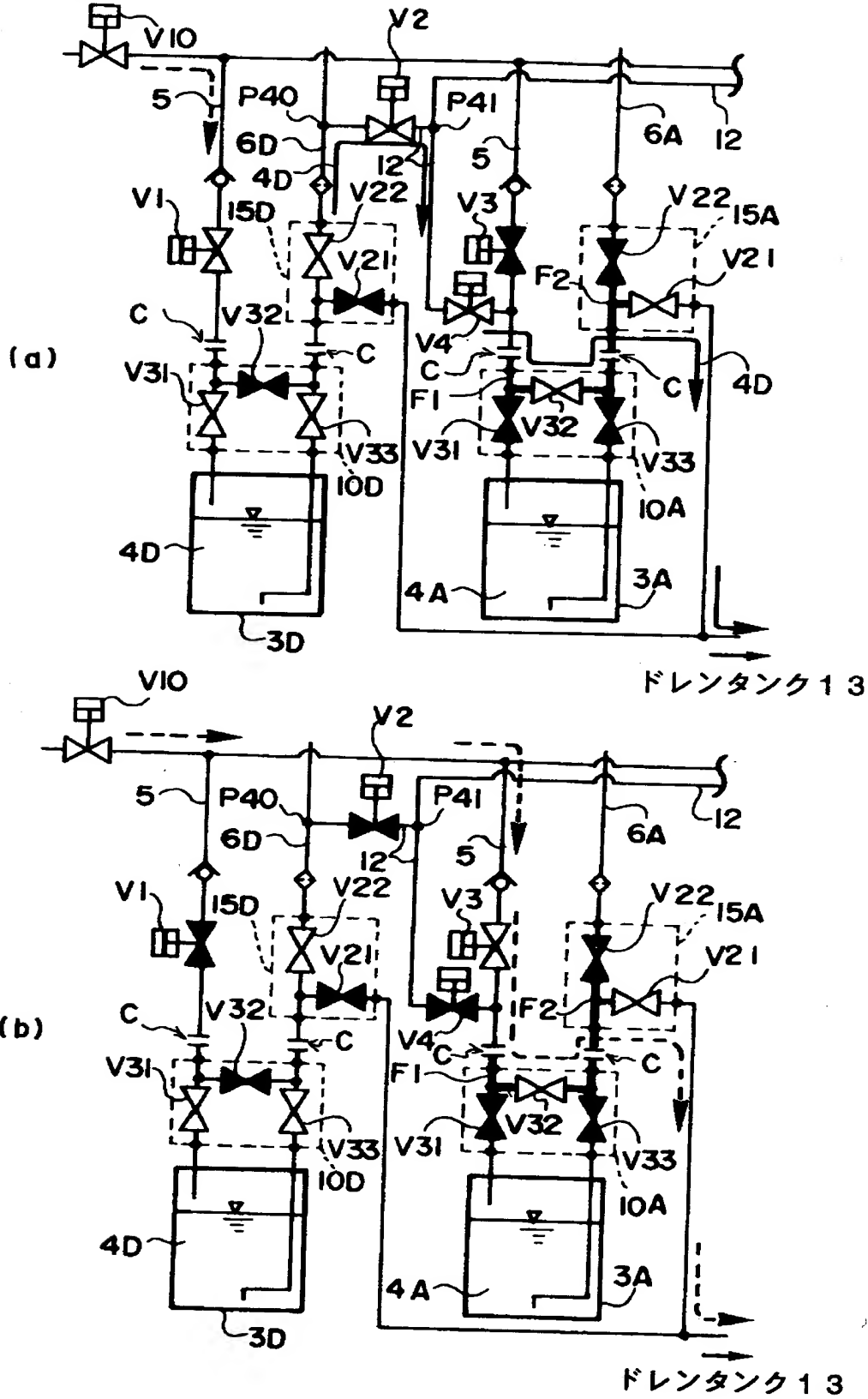
【図9】

【図9】

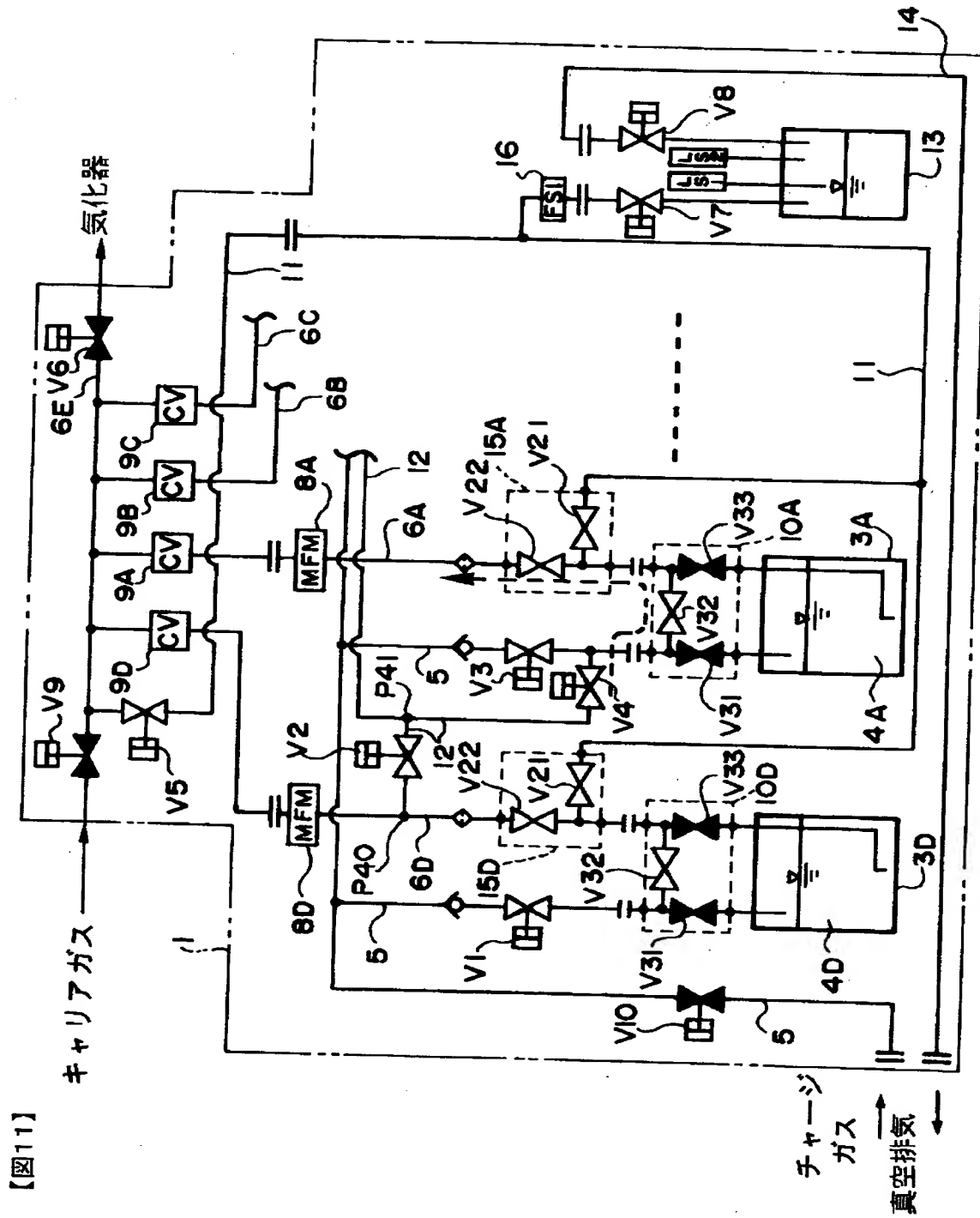


【図10】

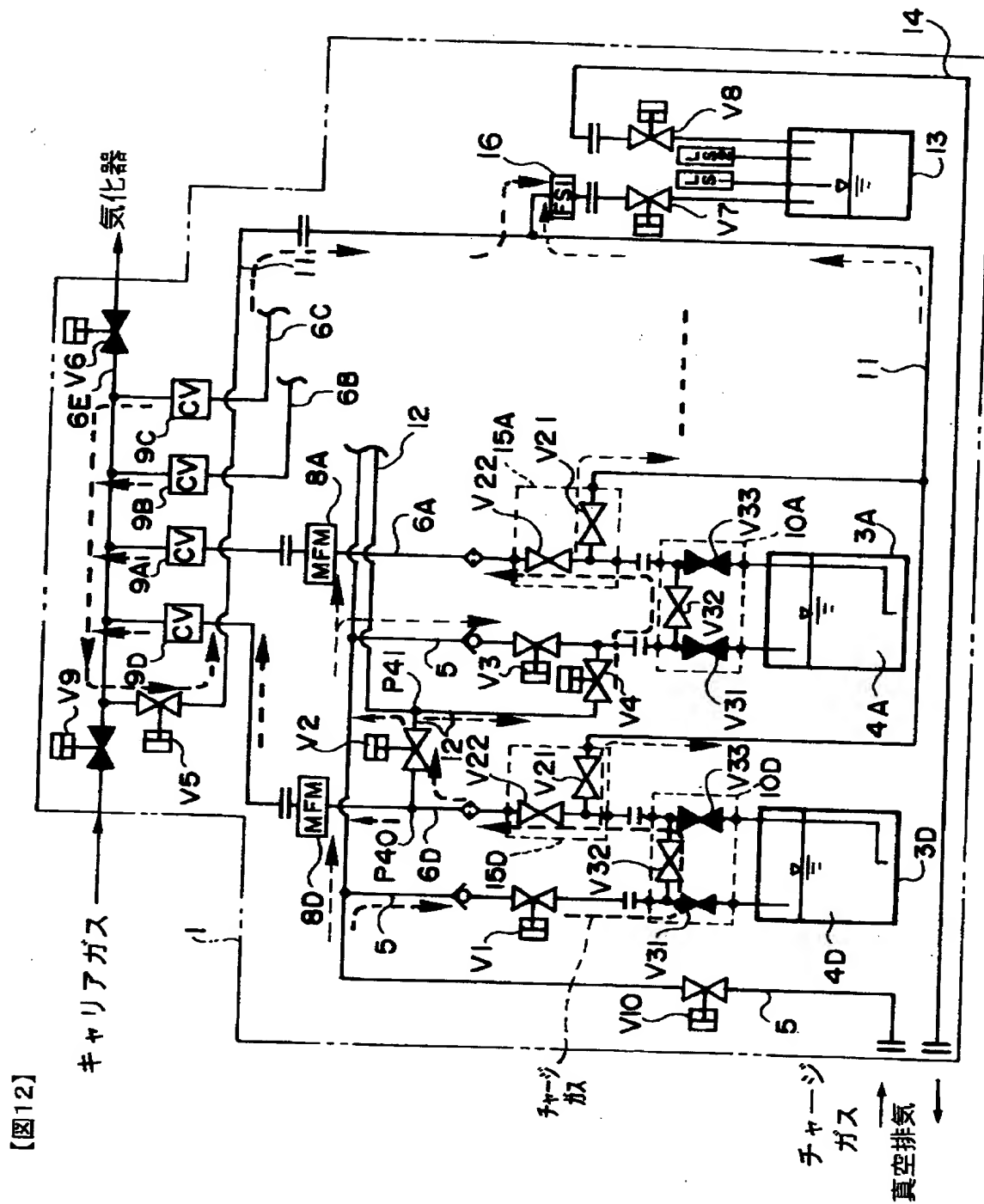
【図10】



【図 1 1】

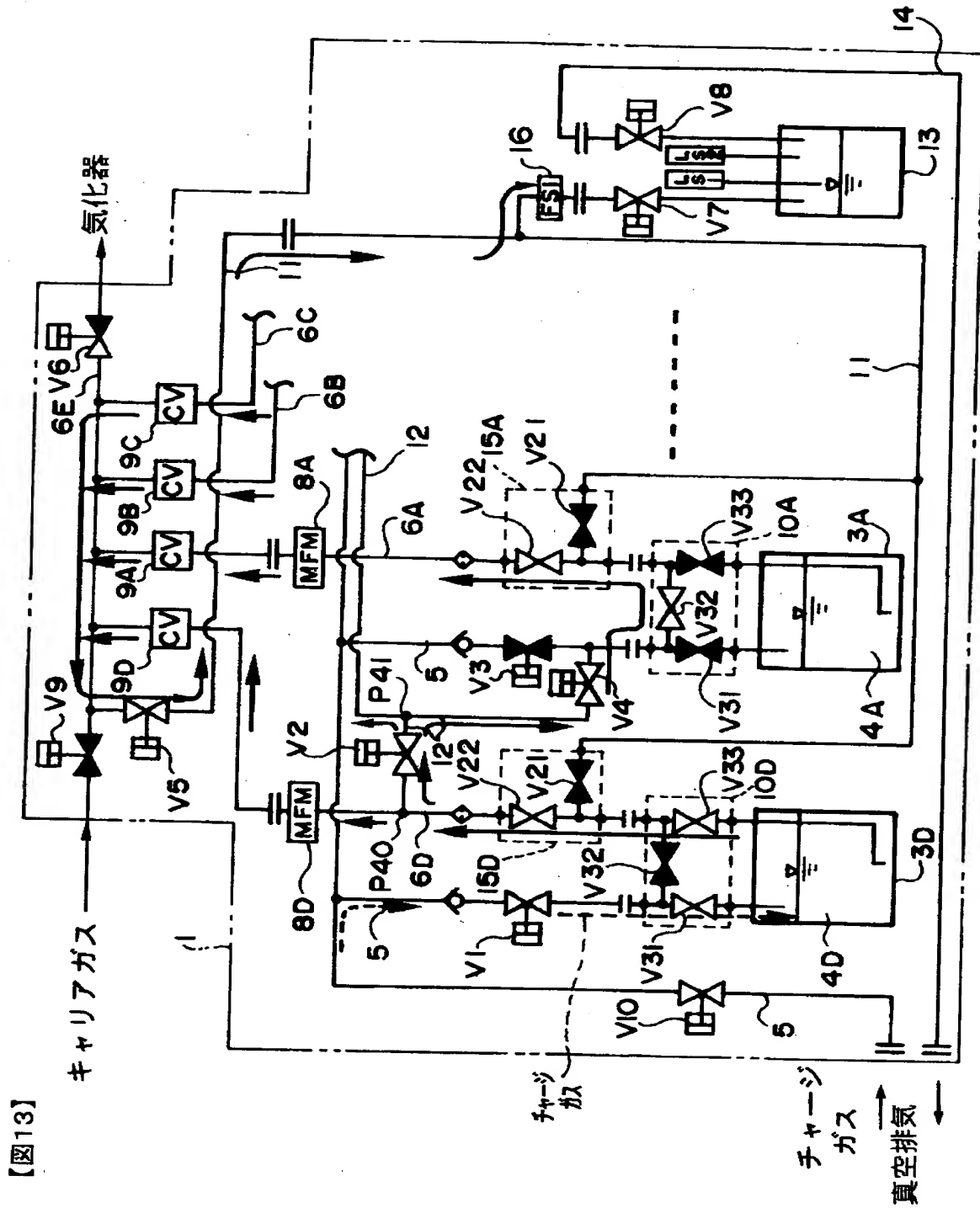


【図12】

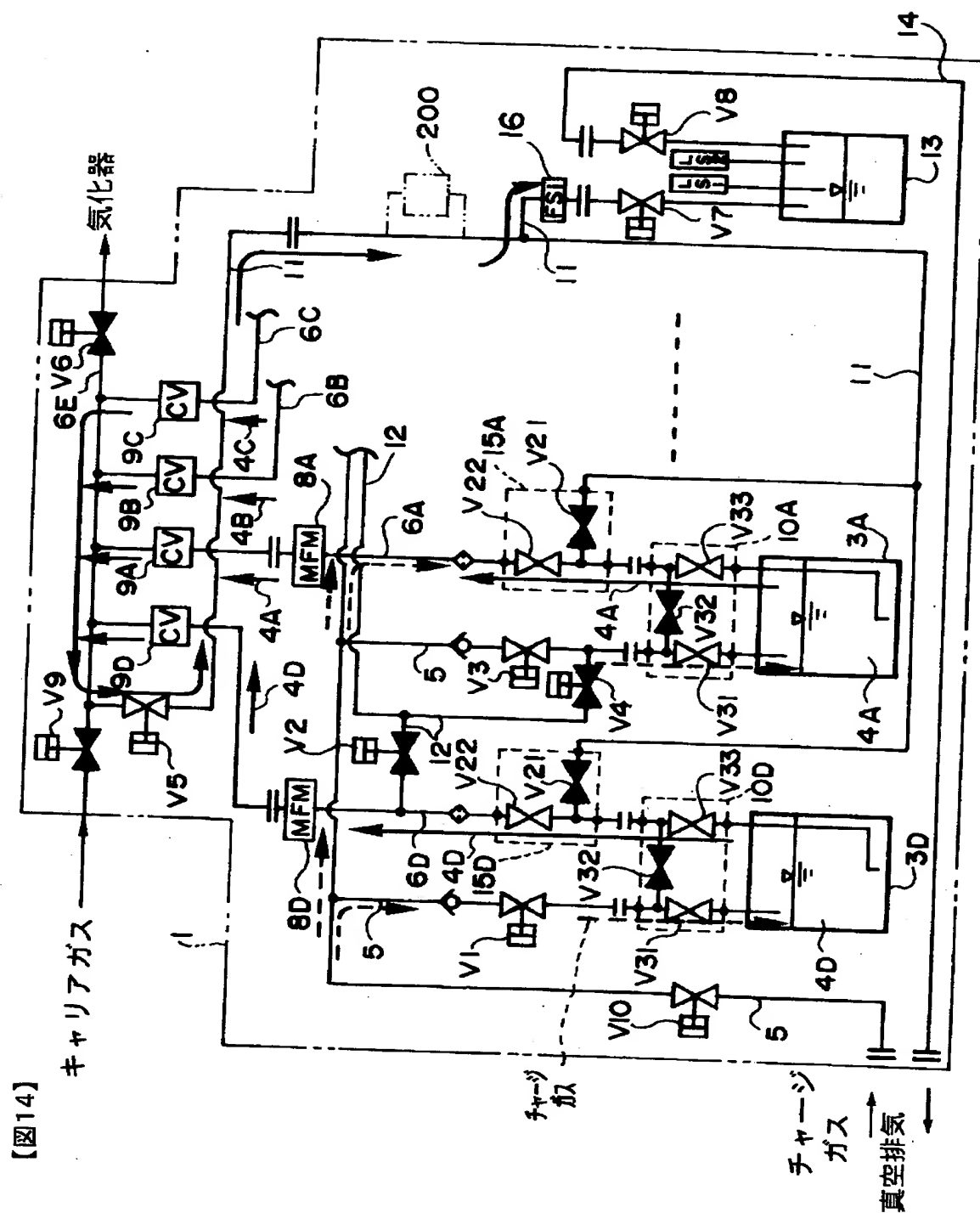


【図12】

【図13】

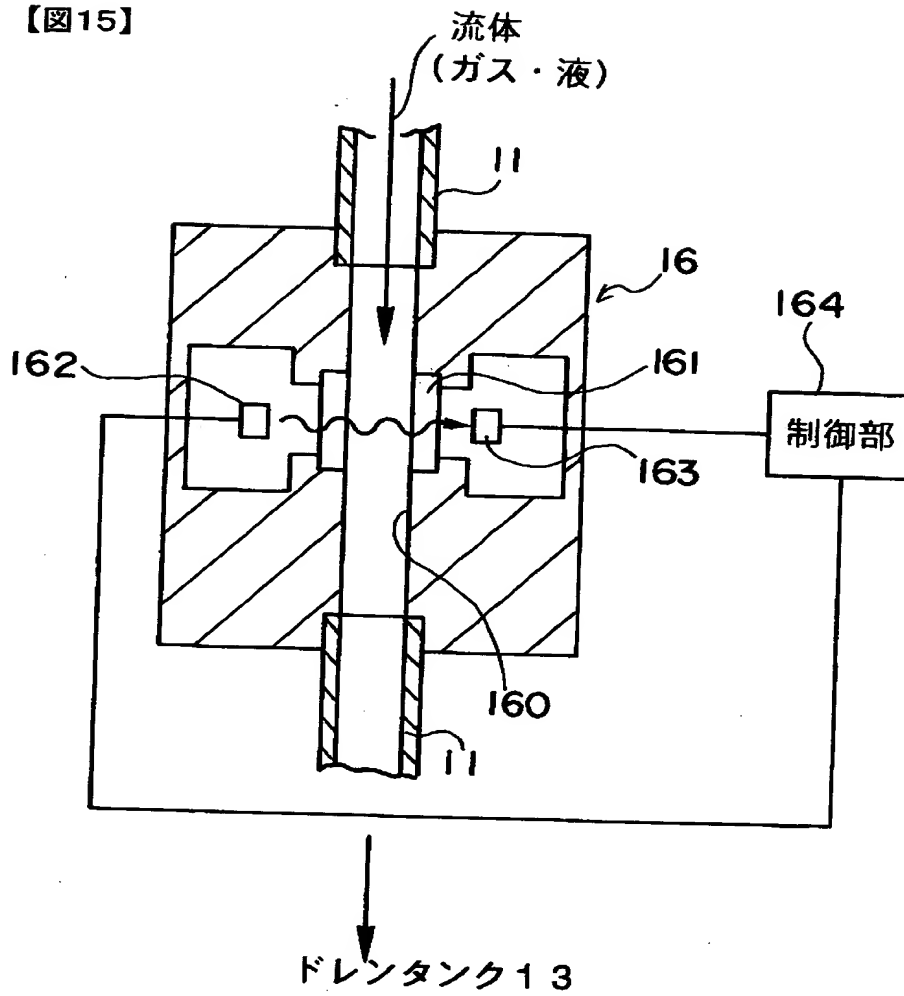


【図 14】



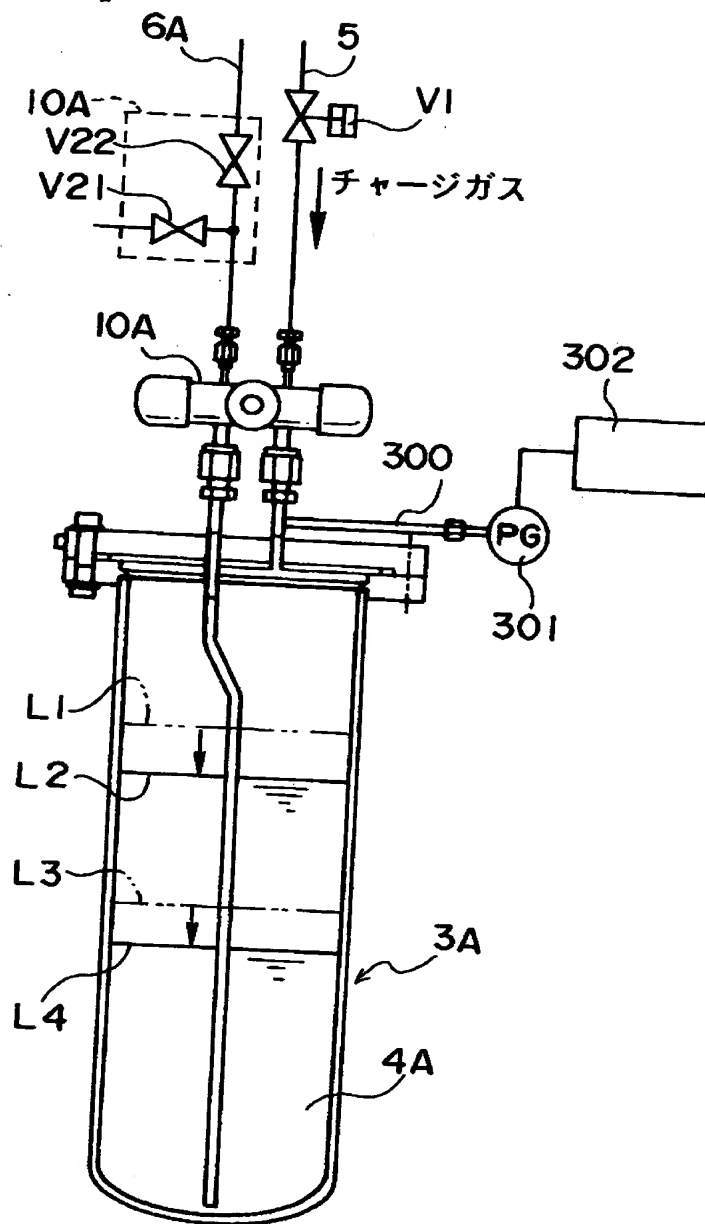
【図15】

【図15】

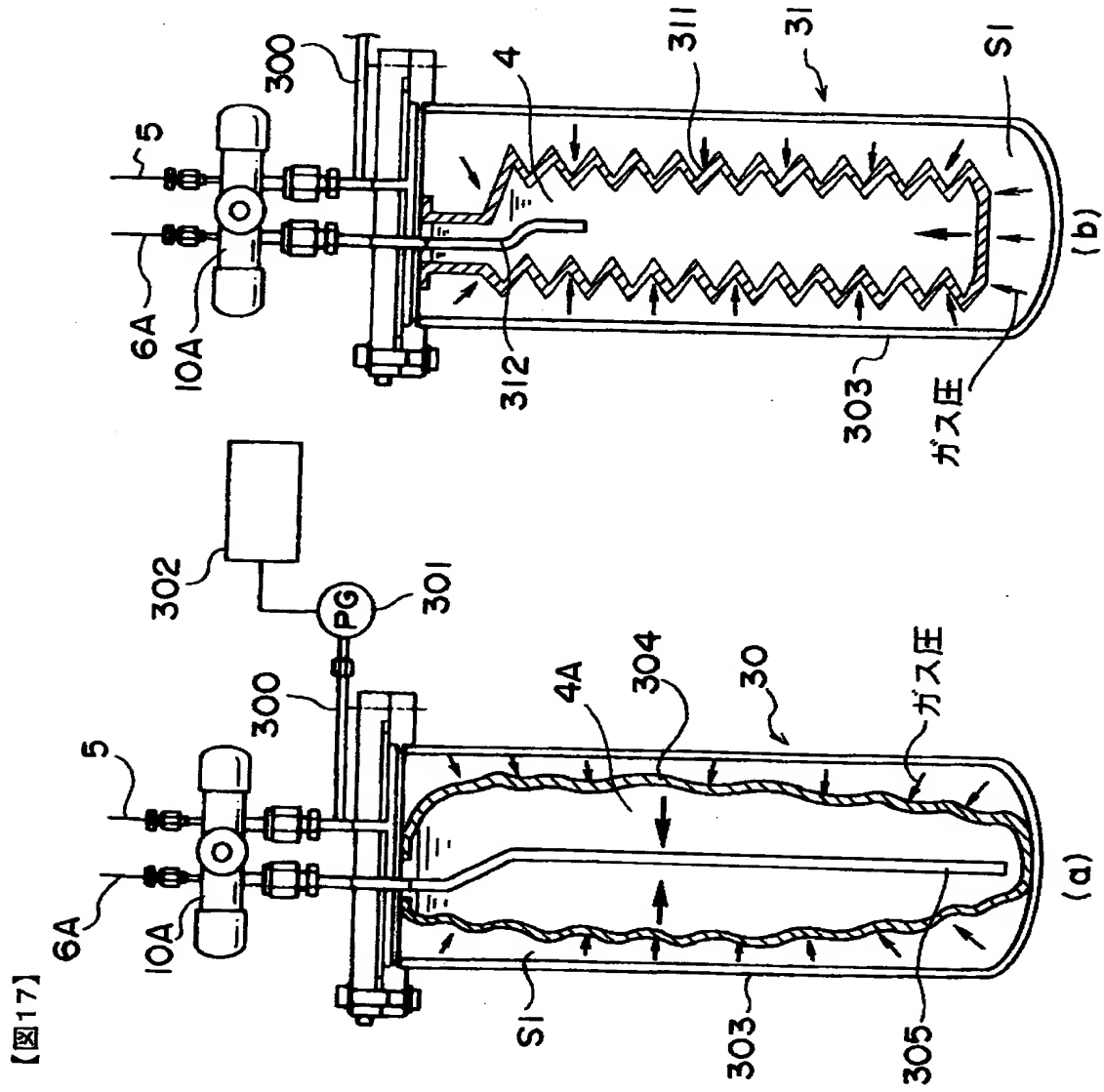


【図16】

【図16】

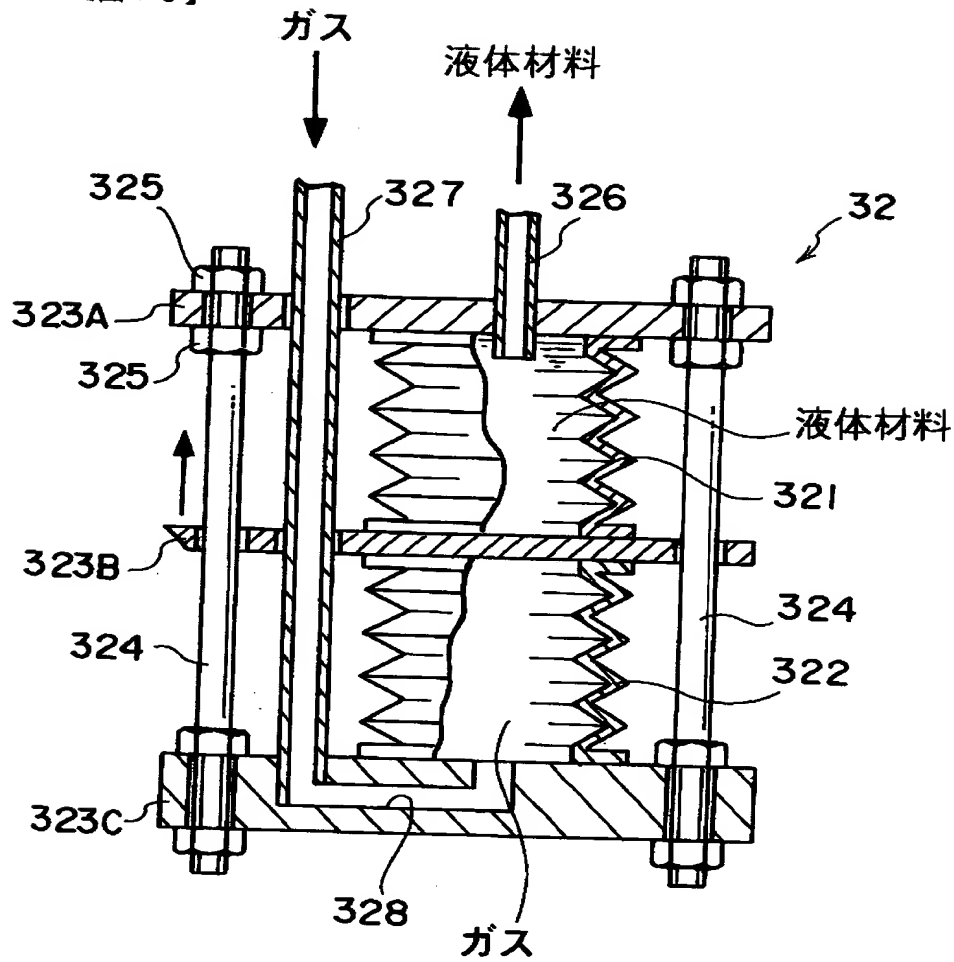


【図17】



【図18】

【図18】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 安定性および制御性の良い液体材料供給装置の提供。

【解決手段】 一体構造の2弁3方切換バルブ15は、ポートP1とポートP2と間を開閉するダイヤフラム152Aと、ポートP1とポートP3と間を開閉するダイヤフラム152Bとを備え、ポートP1はダイヤフラム152Aとダイヤフラム152Bとの間に配設される。ポートP1とポートP2とを連通したときには管路21がデッドボリュームとなり、ポートP1とポートP3とを連通したときには管路22がデッドボリュームとなる。そのため、この2弁3方切換バルブ15を液体材料の移送ラインに用いることにより、移送ライン中のデッドボリュームを低減することができ、液体材料の滞留に起因する析出物の発生を低減できる。

【選択図】 図7

特2000-292757

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-292757
受付番号	50001241686
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成12年 9月27日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年 9月26日
-------	-------------

次頁無

【書類名】 手続補正書
【提出日】 平成12年10月10日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2000-292757
【補正をする者】
【識別番号】 000006013
【氏名又は名称】 三菱電機株式会社
【代理人】
【識別番号】 100084412
【弁理士】
【氏名又は名称】 永井 冬紀
【手続補正 1】
【補正対象書類名】 特許願
【補正対象項目名】 代理権を証明する書面
【補正方法】 追加
【補正の内容】
【提出物件の目録】
【物件名】 代理権を証明する書面 1

(A)10001920079



委任状

平成 12 年 9 月 19 日

私（私ども）は、識別番号100084412（弁理士）永井 冬紀 氏
を以て、代理人として下記事項を委任します。

記

1. 特願2000-292757、特願2000-292758、
特願2000-292759 に関する一切の手続
1. 上に基づく特許法第41条第1項又は実用新案法第8条
第1項の規定による優先権の主張及びその取下げ
1. 上記出願に基づく特許法第41条第1項又は実用新案法第8条第1項の規
定による優先権の主張及びその取下げ
1. 上に関する出願の変更
1. 上記出願に関する出願の変更、出願の放棄及び出願の取下げ
1. 上記出願に関する拒絶査定に対する審判の請求及びその取下げ
1. 上記出願に関する補正却下の決定に対する審判の請求及びその取下げ
1. 上記出願に係る特許権、実用新案権、意匠権、商標権又は防護標章登録に
基づく権利及びこれらに関する権利に関する手続並びにこれらの権利の放棄
1. 上記出願に関する特許法第64条の2第1項の規定による出願公開の請求
1. 上記出願に係る特許に対する特許異議の申立て又は商標（防護標章）登録
に対する登録異議の申立てに関する手続
1. 上記出願に係る特許、特許権の存続期間の延長登録、意匠登録、商標登録、
防護標章登録又は商標（防護標章）更新登録に対する無効審判の請求に関す
る手続
1. 上記出願に係る特許権に関する訂正の審判の請求及びその取下げ
1. 上記出願に係る商標登録に対する取消しの審判の請求に関する手続
1. 上記各項の手続に関する請求の取下げ、申請の取下げ又は申立ての取下げ
1. 上記各項に関し行政不服審査法に基づく諸手続をなすこと
1. 上記各項の手続を処理するため、復代理人を選任及び解任すること

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号
名 称 三菱電機株式会社
代表者 代表取締役 谷 口 一 郎



【捺印】



特 2000-292757

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-292757
受付番号	10001920079
書類名	手続補正書
担当官	仲村 百合子 1730
作成日	平成12年11月17日

<認定情報・付加情報>

【補正をする者】

【識別番号】 000006013

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

【氏名又は名称】 三菱電機株式会社

【代理人】 申請人

【識別番号】 100084412

【住所又は居所】 東京都千代田区霞が関3丁目3番1号 尚友会館
後藤・永井特許事務所

【氏名又は名称】 永井 冬紀

【提出された物件の記事】

【提出物件名】 委任状（代理権を証明する書面） 1

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001993]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
氏 名 株式会社島津製作所

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006013]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区丸の内2丁目2番3号
氏 名 三菱電機株式会社